

المملكة العربية السعودية المؤسسة العامة للتدريب التقني والمهني الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج



# تخصص مختبرات كيميائية

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

١٦٥ کيم

### مقدمة

الحمد لله وحده، والصلاة والسلام على من لا نبي بعده، محمد وعلى آله وصحبه، وبعد:

تسعى المؤسسة العامة للتدريب التقني والمهني لتأهيل الكوادر الوطنية المدربة القادرة على شغل الوظائف التقنية والفنية والمهنية المتوفرة في سوق العمل، ويأتي هذا الاهتمام نتيجة للتوجهات السديدة من لدن قادة هذا الوطن التي تصب في مجملها نحو إيجاد وطن متكامل يعتمد ذاتياً على موارده وعلى قوة شبابه المسلح بالعلم والإيمان من أجل الاستمرار قدماً في دفع عجلة التقدم التنموي: لتصل بعون الله تعالى لمصاف الدول المتقدمة صناعياً.

وقد خطت الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج خطوة إيجابية تتفق مع التجارب الدولية المتقدمة في بناء البرامج التدريبية، وفق أساليب علمية حديثة تحاكي متطلبات سوق العمل بكافة تخصصاته لتلبي متطلباته ، وقد تمثلت هذه الخطوة في مشروع إعداد المعايير المهنية الوطنية الذي يمثل الركيزة الأساسية في بناء البرامج التدريبية، إذ تعتمد المعايير في بنائها على تشكيل لجان تخصصية تمثل سوق العمل والمؤسسة العامة للتدريب التقني والمهني بحيث تتوافق الرؤية العلمية مع الواقع العملي الذي تفرضه متطلبات سوق العمل، لتخرج هذه اللجان في النهاية بنظرة متكاملة لبرنامج تدريبي أكثر التصاقاً بسوق العمل، وأكثر واقعية في تحقيق متطلباته الأساسية.

وتتناول هذه الحقيبة التدريبية " أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي) " لمتدربي تخصص " مختبرات كيميائية " في الكليات التقنية موضوعات حيوية تتناول كيفية اكتساب المهارات اللازمة لهذا التخصص.

والإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج وهي تضع بين يديك هذه الحقيبة التدريبية تأمل من الله عز وجل أن تسهم بشكل مباشر في تأصيل المهارات الضرورية اللازمة، بأسلوب مبسط يخلو من التعقيد، وبالاستعانة بالتطبيقات والأشكال التي تدعم عملية اكتساب هذه المهارات.

والله نسأل أن يوفق القائمين على إعدادها والمستفيدين منها لما يحبه ويرضاه؛ إنه سميع مجيب الدعاء.

١٦٥كيم

التخصص

### تههيد

يحتوي الجزء العملي من مقرر أساسيات الكيمياء التحليلية على جزأين رئيسين: الجزء الأول يختص بالتحليل الكمي بقسميه الحجمي و الوزني والجزء الثاني يختص بالتحليل الوصفي أو الكيفي أو النوعي و يشتمل على الكشف عن كل من الشق الحمضي والقاعدي في المركبات البسيطة الصلبة أو في المخاليط فهو يقدم معظم التفاعلات المهمة لمعظم الكاتيونات و الآنيونات الشائعة ولقد روعي في هذا الجزء العملي إن يقدم للطالب شرحاً وافياً للأسس النظرية للتجارب المختلفة التي يقوم بها حتى يتمكن الطالب من إدراك أهمية هذه التجارب وعلاقتها بالدراسة النظرية .

### الأهداف الرئيسية لهذه الحقيبة هي:

- ١. التدريب على إجراء تجارب في التحليل الحجمي و الحسابات الخاصة بالمعايرات.
  - ٢. التدريب على إجراء تجارب في التحليل الوزني و الحسابات الخاصة به.
- آ. التدريب على الكشف عن الكاتيونات و الآنيونات في المحاليل البسيطة أو المخاليط (التحليل النوعي).

و تشمل هذه الحقيبة الوحدات التالي:

الوحدة الأولى: معايرات الأحماض والقواعد.

الوحدة الثانية: معايرات الترسيب.

الوحدة الثالثة: معايرات الأكسدة والاختزال.

الوحدة الرابعة: معيرات المركبات المعقدة.

الوحدة الخامسة: التحليل الوزني.

الوحدة السادسة: الكشف عن الشقوق القاعدية (الكاتيونات).

الوحدة السابعة: الكشف عن الآنيونات (الشقوق الحمضية).

يشتمل على الكشف عن المجموعات التالية من الآنيونات:

- ١. الكشف عن آنيونات المجموعة الفرعية (أ.١) وتسمى مجموعة حمض الهيدروكلوريك المخفف.
  - ٢. الكشف عن آنيونات المجموعة الفرعية (أـ٢) وتسمى مجموعة حمض الكبريتيك المركز .
    - ٣. الكشف عن آنيونات المجموعة الفرعية (ب).

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

معايرات الأحماض و القواعد

تقنية مختبرات كيميائية

### الجدارة:

أن يكون الطالب قادراً على تنفيذ تجارب الأحماض و القواعد.

#### الأهداف:

بعد الانتهاء من هذه الوحدة التدريبية يكون الطالب قادرا على:

- ١. تعيين مولارية هيدروكسيد الصوديوم.
- ٢. تعيين مولارية حمض الهيدروكلوريك.
- ٣. تعيين مولارية كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم في خليط.
  - ٤. تطبيق حسابات المعايرة و استنتاج تركيز المجهول.

### الوقت المتوقع:

٤ ساعات.

### متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر "نظم وتقنيات مختبرية".
- ٢. مقرر "الأمان والسلامة في المختبرات الكيميائية".
  - ٣. مقرر "الكيمياء العامة".

### معايرات الأحماض والقواعد

### ١. الخلفية النظرية:

قبل البدء بتقدير تركيز الأحماض أو القواعد يتعين الحصول على محاليل قياسية لها لا يمكن استخدام الأحماض والقواعد الشائعة بشكل مباشر لتحضير محاليل قياسية لأنها متغيرة التركيب للأسباب التالية:

- ١. حامض الهيدروكلوريك: يتطاير في التركيز العالية.
- ٢. حامض الكبريتيك: يمتص الماء لكنه لا يصبح رطباً.
  - ٣. حامض النتريك: متطاير وعرضه للتفكك.

علاوة على ذلك فإن الأحماض المسماة بالأحماض المعدنية النقية ليست مواد نقية حيث أنها تحتوي على كميات متفاوتة من الماء.

هيدروكسيدات الصوديوم و البوتاسيوم: تمتص الرطوبة وتصبح رطبة ، تتفاعل مع ثاني أكسيد الكربون الموجود في الهواء:

$$2NaOH + CO_2 \rightarrow Na_2CO_3 + H_2O$$

هيدروكسيد الكالسيوم: لا تذوب بشكل كامل كما أنها تتفاعل مع ثاني أوكسيد الكربون الموجود في الهواء:

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$$

الأمونيا: متطاير وهو محلول متغير التركيز.

### ١ ـ ١ خواص المادة القياسية الأولية:

هي المادة التي يعد محلولها بالوزن المباشر للمادة نفسها ثم إذابتها في محلول معلوم من المذيب و الشروط الواجب توافرها للمادة القياسية الأولية هي:

- أ. تكون ذات درجة عالية من النقاء.
- ٢. أن تكون مستقرة غير متأثرة بالهواء الجوى .

- ٣. أن تكون قادرة على التفاعل كمياً مع المادة المراد تقديرها.
  - ٤. قابلة للذوبان في المذيبات المختلفة.
  - ٥. أن تكون سهلة التجفيف والوزن.
- 7. أن تكون ذات وزن جزيئي كبير لتقليل نسبة الخطأ في عملية الوزن.

### ١ ـ ٢ تقييس الأحماض:

لتقييس الأحماض يمكن استخدام المواد الشائعة التالية:

- أ. كربونات الصوديوم النقية. تحضر بتسخين كربونات الصوديوم الهيدروجينية أو
   كربونات الصوديوم اللامائية.
  - $Na_2B_4O_7.10H_2O$  (ميتا بورات الصوديوم).
    - ٣. كربونات الكالسيوم النقية.

#### ١ ـ ٣ تقييس القواعد:

يمكن تقييس المحاليل القاعدية باستخدام الأحماض العضوية المتبلورة الصلبة مثل حامض الأوكساليك أو حامض السكسنيك والتي يمكن الحصول عليها بدرجة عالية من النقاوة.

### ١ ـ ٤ نظرية الأدلة:

معظم الأدلة المستخدمة في معايرات الأحماض والقواعد هي عبارة عن أحماض ضعيفة حيث أن درجة تفكهها تتأثر بشكل كبير جداً بتغير تركيز أيون الهيدروجين في المحلول مؤدياً ذلك إلى التغير في اللون، على سبيل المثال الفينولفث الين حامض عضوي ضعيف جداً HA حيث أنه يتفكك إلى أيون الهيدروجين وأيون سالب الشحنة:

$$HA \longrightarrow H^+ + A^- \square$$
 $e(c)$ 

فعند إضافة محلول حمضي فإن تركيز أيون الهيدروجين الناتج من الحمض كبير جداً بالمقارنة بتركيز H الناتج من تفكك الدليل وهذا يؤدي إلى تنبيط (تقليل) تفكك الدليل لذا فإن الدليل سوف لن يتأين ولن يلاحظ لون عند إضافة محلول قلوي فإن أيونات الهيدروجين الناتجة من الدليل تتفاعل مع بعض أيونات الهيدروكسيل لتكوين الماء وبالتالي سوف يزداد تفكك الحامض الضعيف ويصاحب ذلك زيادة في ايونات الملونة والتي تجعل المحلول وردياً، إن التغيرات في اللون هذه تحدث عند تركيزات مختلفة مع الأدلة المختلفة.

فيما يلي قائمة لبعض الأدلة الشائعة الاستعمال مع مدى pH الذي تحدث خلاله التغيرات في اللون:

nH	1.1.11	تغير اللون		
مدی pH	الدليل	الحامض	القاعدة	
3- 4.4	الميثيل البرتقالي	أحمر	أصفر	
4.4-6.3	الميثيل الأحمر	أحمر	أصفر	
6-7.6	برمو ثايمول الأزرق	أصفر	أزرق	
6-8	تباع الشمس	أحمر	أزرق	
8.2-10	فينولفثالين	عديم اللون	أحمر	

### ١ ـ ٤ ـ ١ خواص الدليل المناسب:

- 1. ١. يجب أن يكون التغير في لون الدليل واضحاً ، بعبارة أخرى يجب أن يكون الدليل حساساً ، وهذا يعني عدم صلاحية الدليل إذا كان التغير في اللون يحتاج إلى 2 أو 3 مل من الكاشف.
  - ٢. يجب أن يكون مدى pH والذي يحدث خلاله التغير في اللون دالاً على تمام التفاعل.

### التجربة رقم (١): تعيين مولارية هيدروكسيد الصوديوم

#### ۱. مقدمة:

يتفاعل حمض الهيدروكلوريك مع هيدروكسيد الصوديوم طبقاً للمعادلة التالية:

$$HCl + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O$$

ونظراً لأن كلاً من الحمض والقاعدة المذكورين قويان فإنه يمكن استخدام أي دليل يمكن استعماله في هذه الحالة (المثيل البرتقالي أو الفينولفثالين).

#### ٢. السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ا. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette.
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
    - o. ڪأسين Beakers
      - ٦. قمع Funnel.
- ۷. محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك Hydrochloric acid, HCl.
- مجهول التركيز.  $\Lambda$ . محلول هيدروكسيد الصوديوم Sodium hydroxide مجهول التركيز.
  - ٩. دليل فينولفثالين Phenolphtalein Indicator

### ٤. خطوات التجرية:

- ١. تملأ السحاحة بمحلول حمض الهيدروكلوريك و تأخذ القراءة الابتدائية للسحاحة.
- ٢. يؤخذ ١٠ مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم بواسطة ماصة و ينقل بعناية إلى دورق مخروطي.
  - ٣. تضاف قطرة أو قطرتين من دليل الفينولفثالين إلى محلول هيدروكسيد الصوديوم.
  - ك. يضاف محلول HCl تدريجيا إلى محلول NaOH مع تحريك محتويات الدورق في شكل دائري.

التخصص

- عند اقتراب نقطة النهاية يضاف HCl قطرة قطرة حتى يتغير لون الدليل من أحمر وردي إلى عديم اللون. و تؤخذ القراءة النهائية للسحاحة.
  - ٦. تعاد الخطوات (١ ـ ٥) ٣ مرات و يؤخذ متوسط الحجم.

### التجربة رقم (٢): تعيين مولارية حمض الهيدروكلوريك

#### ١. مقدمة:

تتفاعل كربونات الصوديوم مع الأحماض القوية على مرحلتين كما يلي:

(1) 
$$Na_2CO_3 + HCl \rightarrow NaHCO_3 + NaCl$$

(2) 
$$NaHCO_3 + HCl \rightarrow NaCl + H_2O + CO_2$$

عند نقطة التكافؤ في المرحلة (١) يكون الرقم الهيدروجيني يساوي ٨,٣ لذا يمكن استخدام دليل الفينولفثالين لتعيين هذه المرحلة ، أما في المرحلة (٢) حيث يكون الرقم الهيدروجيني يساوي ٣,٨ فلا يمكن استخدام الفينولفثالين بل يجب استخدام الميثيل البرتقالي.

في هذه التجربة يستخدم الميثيل البرتقالي لوحده ، لذا فإن معادلة التفاعل ما بين حمض الهيدروكلوريك و كربونات الصوديوم تكون كالتالى:

### $2HCl + Na_2CO_3 \rightarrow 2NaCl + CO_2 + H_2O$

### ٢. الآمان و السلامة:

- راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ا. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
    - o. ڪأسين Beakers
      - ٦. قمع Funnel.
  - ٧. محلول قياسي من كربونات الصوديوم.
- . دنیل المیثیل البرتقالی Methyl orange Indicator.

معايرات الأحماض والقواعد

تقنية مختبرات كيميائية (عملي)

### ٤. خطوات التجرية:

- 1. تملأ السحاحة بمحلول حمض الهيدروكلوريك و تأخذ القراءة الابتدائية للسحاحة
- ۲. يؤخذ ۱۰ مل من محلول كربونات الصوديوم القياسي بواسطة ماصة و ينقل بعناية إلى دورق مخروطى
  - ٣. تضاف قطرة أو قطرتين من دليل الميثيل البرتقالي إلى محلول كربونات الصوديوم في الدورق
- <sup>3</sup>. يضاف محلول حمض الهيدروكلوريك تدريجيا إلى محلول كربونات الصوديوم مع تحريك الدورق في شكل دائرى
- <sup>٥</sup>. عند اقتراب نقطة النهاية يضاف الحمض قطرة قطرة حتى يتغير لون الدليل من أصفر إلى أحمر. و تؤخذ القراءة النهائية للسحاحة.
  - ٦. تعاد الخطوات (١ ـ ٥) ٣ مرات و يؤخذ متوسط الحجم.

معايرات الأحماض و القواعد

### التجربة رقم (٣): تعيين مولارية كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم

#### ١. مقدمة:

عند إضافة حمض الهيدروكلوريك إلى محلول الخليط في وجود الفينولفثالين فإن التغير في اللون يحدث عندما تتحول الكربونات إلى البيكربونات لذا فإن كمية الحامض المضافة تكافئ نصف الكربونات عندما يضاف بعد ذلك الميثيل البرتقالي إلى نفس المحلول فإن التغير في اللون يحدث عندما يتحول النصف المتبقي من الكربونات (البيكربونات المتكونة) و البيكربونات الأصلية إلى الكلوريد، لذا فإن:

حجم الحامض المستخدم في الخطوة الأولى (الفينولفثالين).  $V_1$ 

حجم الحامض المستخدم في الخطوة الثانية (الميثيل البرتقالي).  $V_2$ 

2V<sub>1</sub> = حجم الحامض المكافئ للكربونات.

حجم الحامض المكافئ للبيكربونات.  $V_2 - V_1$ 

#### معادلات التفاعل:

$$Na_2CO_3 + HC1 \rightarrow NaHCO_3 + NaC1$$
  
 $NaHCO_3 + HC1 \rightarrow NaC1 + CO_2 + H_2O$ 

### ٢. الآمان و السلامة:

١. راجع القواعد العامة للسلامة.

٢. الزى المعملى: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

ا. سحاحة Burette.

۲. ماصة Pipette.

۳. دورق فیاسي (۱۰۰ مل) Volumetric flask.

٤. دورق مخروطي Conical flask.

o. ڪأسين Beakers

٦. قمع Funnel.

- ٧. محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك خليط من كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم مجهول التركيز.
  - . دليل الميثيل البرتقالي Methyl orange Indicator.

#### ٤. خطوات التجرية:

- ١. تملأ السحاحة بمحلول حمض الهيدروكلوريك و تأخذ القراءة الابتدائية للسحاحة.
- ٢. تخذ ١٠ مل من خليط الكربونات و البيكربونات بواسطة ماصة إلى دورق مخروطي.
  - ٣. تضاف قطرة أو قطرتين من دليل الفينولفثالين إلى محلول الخليط في الدورق.
- ٤. يضاف حمض الهيدروكلوريك تدريجيا إلى محلول الخليط مع تحريك محتويات الدورق في شكل
   دائرى.
- ٥. عند اقتراب نقطة التعادل يضاف الحمض قطرة قطرة حتى يتغير لون الدليل من بنفسجي إلى عديم اللون ثم تأخذ القراءة النهائية  $V_1$ .
- ٦. يضاف قطرة أو قطرتين من دليل المثيل البرتقالي لنفس محتويات الدورق المخروطي و تسجل القراءة
   الابتدائية للمعايرة الجديدة.
- ٧. يستمر في إضافة حمض الهيدروكلوريك حتى يتغير لون الدليل من أصفر إلى أحمر تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل القراءة النهائية V2.
  - ٨. تعاد الخطوات من ١ إلى ٧ ثلاثة مرات.
  - ٩. يؤخذ معدل حجم القياسات الثلاث للدليلين كل على حده.

### امتحان ذاتي

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

- أذكر أسباب تغير التركيب في المواد الآتية:
  - أ. حمض الهيدروكلوريك.
    - ب. حمض النتريك.
    - ج. حمض الكبريتيك.
- د. هيدروكسيد الصوديوم و هيدروكسيد البوتاسيوم.
  - ه . هيدروكسيد الكالسيوم.
    - و. الأمونيا.
- ٢. حضر محلول بإذابة 4 جرام من هيدروكسيد الصوديوم NaOH في 500 مل من الماء المقطر ، أخذ 10 مل من هذا المحلول وتمت معايرته بواسطة حامض الهيدروكلوريك HCl تركيزه 0.1 مولار باستخدام دليل الفينولفثالين. احسب حجم محلول الحامض اللازم للوصول إلى نقطة التعادل.

### إجابة الامتحان الذاتي

- ١. أ. حامض الهيدروكلوريك: يتطاير في التركيز العالية.
- ب. حامض الكبريتيك: يمتص الماء لكنه لا يصبح رطباً.
  - ج. حامض النتريك: متطاير وعرضه للتفكك.
- د. هيدروكسيدات الصوديوم و البوتاسيوم: تمتص الرطوبة وتصبح رطبة ، تتفاعل مع ثاني أكسيد الكربون الموجودة في الهواء.
- ه. هيدروكسيد الكالسيوم: لا تذوب بشكل كامل كما أنها تتفاعل مع ثاني أوكسيد الكربون الموجود في الهواء.
  - و. الأمونيا: متطاير وهو محلول متغير التركيز.
    - ۲. 20 مل.

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

معايرات الترسيب

معايرات الترسيب

### الجدارة:

أن يكون الطالب قادراً على تنفيذ تجارب معايرات الترسيب.

#### الأهداف:

بعد الانتهاء من هذه الوحدة يكون الطالب قادرا على:

- الترسیب.
  - ٢. تطبيق الأدلة المختلفة.
- ٣. استنتاج تركيز المجهول في طريقة موهر، فولهارد و فاجان.

### الوقت المتوقع:

۸ ساعات.

### متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر نظم وتقنيات مختبرية.
  - ٢. مقرر الأمان والسلامة.
  - ٣. مقرر الكيمياء العامة.

### التجربة رقم ١: تعيين تركيز محلول كلوريد الصوديوم (طريقة موهر)

### ١. الخلفية النظرية:

تتفاعل نترات الفضة مع كلوريد الصوديوم طبقاً للمعادلة التالية:

$$AgNO_3 + NaCl \rightarrow AgCl + NaNO_3$$
 راسب أبيض

كذلك فإن نترات الفضة تتفاعل مع K2CrO4 معطية راسب لا يذوب من كرومات الفضة:

$$2AgNO_3 + K_2CrO_4 \rightarrow Ag_2CrO_4 + 2KNO_3$$
 راسب أحمر بنى

ولكن على الرغم من ذلك فعندما يتواجد -CrO4 و Cl مع بعضهما فسوف يترسب أولاً كلوريد الفضة بفضل انخفاض ذوبانيتها عن ذوبانية كرومات الفضة، لذا فإن Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> سوف تترسب بعد الترسب الكامل لـ Cl على هيئة AgCl عند نقطة النهاية عندما يحدث هذا فسوف يلاحظ تكون راسب أحمر بني يدل على نقطة النهاية.

#### ملاحظة:

هناك شرط يجب أن يستوفي وهو إن وسط المعايرة يجب أن يكون متعادلاً أو قاعدي ضعيف = pH 8 - 7 لأنه في الوسط الحمضي:

 $: Cr_2O_7^{2-}$  فإن أبون  $: CrO_4^{2-}$  بتحول إلى

$$2CrO_4^{2-} + 2H^+ \iff Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

ـ فإن كرومات الفضة تذوب في المحاليل الحمضية بفضل تكوين الكرومات الهيدروجينية:

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي) معاير إن الترسيب

تقنية مختبرات كيميائية

$$CrO_4^{2-} + H^+ \longrightarrow HCrO_4^-$$

في الوسط القاعدي تترسب الفضة على هيئة هيدروكسيد كما هو واضحا من المعادلة:

$$Ag^+ + OH^- \rightarrow AgOH$$

#### ٣. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة :

- ۱. سحاحة Burette.
  - Y. ماصة Pipette.
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
    - ه. كأسين Beakers.
      - ٦. قمع Funnel.
- . Silver nitrate  $AgNO_3$  محلول قياسي من نترات الفضة  $^{\circ}$
- ٨. محلول كلوريد الصوديوم (مجهول التركيز) Sodium Chloride NaCl
- .Potassium Chromate Indicator  $K_2CrO_4$  دليل ڪرومات البوتاسيوم.

### ٤. خطوات التجربة:

- ١. تملأ السحاحة بمحلول نترات الفضة القياسي (معلوم المولارية).
- ۲. يوضع ۱۰ مل من محلول كلوريد الصوديوم في دورق مخروطي بواسطة الماصة و يضاف إليه نصف مل من محلول كرومات البوتاسيوم Potassium Chromate  $K_2CrO_4$ .
- ٣. تضاف نترات الفضة من السحاحة إلى الدورق بكميات قليلة و يدور بعناية للتأكد من اختلاط المتفاعلين.
  - ٤. يستمر في إضافة نترات الفضة حتى يظهر راسب أحمر أو بنى غامض.

تقنية مختبرات كيميائية

- هذا الخليط فإذا ذهب اللون الأحمر أضيفت قطرة واحدة من النترات و يستمر العمل على هذا المنوال حتى يتكون راسب احمر لا يزول برج الدورق.
  - ٦. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كحجم نهائي.
    - ٧. تكرر التجربة ٣ مرات.

تقنية مختبرات كيميائية

### التجربة رقم (٢): تعيين تركيز محلول نترات الفضة (طريقة فولهارد)

### ١. الخلفية النظرية:

ية هذه الطريقة يستخدم الشب الحديديكي أو نترات الحديديك كدليل في وسط حمضي. لذا فعندما يضاف محلول الثيوسيانات إلى محلول AgNO<sub>3</sub> المحمض بوجود الشب الحديديكي كدليل (بعبارة أخرى أيونات 'Fe<sup>3+</sup>) فسوف يحدث التفاعلان التاليان:

$$Ag^{+} + CNS^{-} \rightarrow AgCNS \downarrow$$

(2) 
$$Fe^{3+} + 6CNS^{-} \rightarrow [Fe(CNS)_{6}]^{3-}$$

فالتفاعل رقم (1) يجب أن يحدث أولاً لأن المركب الناتج منه أقل ذوباناً من المركب الناتج من المحلول التفاعل رقم (2) لذا فإن تكوين معقد ثيوسيانات الحديدك سوف يبدأ حالاً بعد استنفاذ \*Ag من المحلول في هذا الوضع فإن أيون \*Fe أو الشب الحديدكي يمكن استخدامه لإيجاد نقطة النهاية للمعايرة ما بين أيونات \*CNS.

#### ٢. الآمان والسلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ا. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette.
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
  - ه. كأسين Beakers قمع Funnel
- . Silver nitrate  $AgNO_3$  محلول قياسي من نترات الفضة .
- ٧. محلول ثيوسيانات البوتاسيوم Potassium Thiocyanate KSCN

٨. حمض النتريك المخفف Diluted Sulphuric Acid.

### ٤. خطوات التجربة:

- ١. تملأ السحاحة بمحلول ثيوسيانات البوتاسيوم (معلوم التركيز).
  - ٢. يوضع ١٠ مل من محلول نترات الفضة (مجهول التركيز).
    - ٣. يضاف ٢ مل من حمض النتريك المخفف و المعد للتجربة.
- ٤. يضاف ٢ مل من نترات الحديديك الذي يستخدم كدليل و تخلط مكونات الدورق بتدويره بعناية.
- ٥. يضاف محلول الثيوسيانات من السحاحة إلى الدورق بعناية و بكميات قليلة حتى يبدأ لون المحلول
   (و هو الذي عديم اللون) في التغير إلى اللون الأحمر.
  - ٦. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كحجم نهائي.
    - ٧. تعاد التجربة ٣ مرات.

معايرات الترسيب

#### تقنية مختبرات كيميائية

### التجربة رقم ٣: تعيين تركيز محلول كلوريد الصوديوم (طريقة فاجان)

### ١. الخلفية النظرية:

تعتمد هذه الطريقة على استخدام أدلة الامتزاز (أدلة الادمصاص) حيث تمتز أيونات الدليل عند نقطة النهاية على سطح الراسب و يصاحب عملية الامتزاز تغير في لون الدليل. و من أدلة الامتزاز الشائعة دليل الفلوريسين و دليل اليوسين.

في معايرة أيون الكلوريد بواسطة كاشف الفضة ينجذب دليل الفلوريسين (السالب الشحنة) إلى رقيقة AgCl: Ag المشحونة بالشحنة الموجبة (مباشرة بعد نقطة النهاية) مكوناً فلوريسنات الفضة الوردية اللون على سطح رقائق AgCl.

#### ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ۱. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette.
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
  - ه. كأسين Beakers قمع .
- .Silver nitrate  $AgNO_3$  محلول قياسي من نترات الفضة .
- ٧. محلول كلوريد الصوديوم (مجهول التركيز) Sodium Chloride NaCl.
  - . Acetic Acid CH<sub>3</sub>COOH حمض الخليك . ۸
    - ٩. أسيتات الصوديوم Sodium Acetate CH<sub>3</sub>COONa
      - ١٠. دليل الفلوريسين.

### تقنية مختبرات كيميائية

### ٤. خطوات التجرية:

- ١. تملأ السحاحة بمحلول نترات الفضة القياسي (معلوم المولارية).
- ۲. يوضع ۱۰ مل من محلول كلوريد الصوديوم في دورق مخروطي بواسطة الماصة و يضاف إليه ۱ مل من خليط حمض الخليك و خلات الصوديوم ( ۰٫۵ مولار حمض و ۰٫۵ مولار ملح الحمض) ثم يضاف ۰٫۱ جرام من دكسترين.
- ٣. تضاف نترات الفضة بعناية مع خلط محتويات الدورق بتحريك الدورق في اتجاه دائري و يستمر في إضافة نترات الفضة حتى يتبقى لنقطة التعادل ١ مل، تضاف ٥ قطرات من محلول ثنائي كلوريد الفلوريسين (الدليل).
  - ٤. يواصل التعيير حتى يتغير لون الراسب من أبيض إلى وردى فاتح.
    - ٥. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كحجم نهائي.
    - ٦. تكرر التجربة ٣ مرات و يؤخذ متوسط الحجم.

تقنية مختبرات كيميائية

### التجربة رقم (٤): تقدير مولارية محلول كلوريد الصوديوم بطريقة فولهارد غير مباشرة

#### ١. الخلفية النظرية:

يمكن تطبيق طريقة فولهارد بصورة غير مباشرة لتقدير الكلوريدات أو البروميدات في الوسط الحمضي. في هذا الخصوص تضاف زيادة من محلول نترات الفضة القياسي إلى محلول الهاليد ثم تعاير الزيادة خلفيا (رجوعيا) بواسطة محلول الثيوسيانات القياسي. تظهر الصعوبة في هذه الطريقة نتيجة لتفاعل كلوريد الفضة المترسب مع ثيوسيانات البوتاسيوم المضافة من السحاحة مؤديا ذلك لتكون ثيوسيانات الفضة قليلة الذوبان. كما أن كلوريد الفضة المترسب هذا أكثر ذوبانا من ثيوسيانات الفضة و بالتالي فهو يميل للتفاعل مع معقد ثيوسيانات الحديديك، لهذه الأسباب فإنه يجب في مثل هذه الحالة ترشيح كلوريد الفضة المترسب.

تفاعل ما قبل المعايرة:

$$Ag^+$$
 (نترات الفضة قياسى بكمية زائدة) +  $Cl^- o AgCl \downarrow + Ag^+$  (نترات الفضة قياسى بكمية زائدة)

تفاعل المعايرة الخلفية:

$$\mathrm{Ag}^+$$
 (الكمية الزائدة) +  $\mathrm{CNS}^- o \mathrm{AgCNS}$ 

تفاعل نقطة النهاية (تفاعل الدليل):

$$Fe^{3+} + 6CNS^{-} \rightarrow [Fe(CNS)_{6}]^{3-}$$

#### مثال:

أضيفت ١٠ مل من محلول كلوريد الصوديوم المحمض بحامض النتريك المركز إلى ٢٥ مل من محلول نترات الفضة تركيزه ٢٠٠٥ مولار. رُشِّح الخليط ثم أضيف دليل نترات الحديدك إلى الرشيح و تمت معايرة الرشيح مع محلول ثيوسيانات البوتاسيوم تركيزه ٢٠٤٥ مولار فتم استعمال ١٢ مل من محلول الثيوسيانات للوصول إلى نقطة التكافؤ. أحسب مولارية محلول كلوريد الصوديوم.

#### الحل:

التفاعلات الحادثة:

$$AgNO_3 + NaCl \rightarrow AgCl + NaNO_3$$
  
 $AgNO_3 + KCNS \rightarrow AgCNS + KNO_3$ 

نحسب عدد مولات نترات الفضة الكلي:

Total AgNO<sub>3</sub> = 
$$0.05 \times \frac{25}{1000}$$
  
Total AgNO<sub>3</sub> =  $1.25 \times 10^{-3}$  mol

نحسب عدد مولات نترات الفضة المتفاعلة مع الثيوسيانات: نسبة التفاعل هي كالآتي:

 $1 \text{ mol AgNO}_3 \equiv 1 \text{ mol KCNS}$ 

$$\frac{0.045 \times \frac{12}{1000}}{\text{mol AgNO}_3 \text{ (reacted with KCNS)}} = \frac{1}{1}$$

mol AgNO<sub>3</sub> (reacted with KCNS) =  $5.4 \times 10^{-4}$  mol Total volume of titration = 10 + 25 + 12Total volume of titration = 47 ml

mol AgNO<sub>3</sub> (reacted with NaCl) =  $1.25 \times 10^{-3} - 5.4 \times 10^{-4}$  mol mol AgNO<sub>3</sub> (reacted with NaCl) =  $7.1 \times 10^{-4}$  mol

 $AgNO_3$  و NaCl هي: 1 mol  $AgNO_3 \equiv 1$  mol NaCl

$$\frac{7.1 \times 10^{-4}}{M_{\text{NaCl}} \times \frac{10}{1000}} = \frac{1}{1}$$

$$M_{NaCl} = 0.071 M$$

### ٢. الأدوات المستخدمة:

- ۱. سحاحة.
  - ۲. ماصة.
- ٣. دورق قياسي.
- ٤. دورق مخروطي.
  - ٥. كأس.
    - ٦. قمع.
  - ۷. ورق ترشیح.
  - ۸. مخبار مدرج.

### ٣. المحاليل والكيمياويات

- ١. محلول كلوريد الصوديوم مجهول التركيز.
  - ٢. محلول قياسي من نترات الفضة.
  - ٣. محلول قياسي من ثيوسيانات البوتاسيوم.
    - ٤. حامض النتريك المركز.
    - ٥. دليل نترات الحديديك (١٠٪).

### ٤. خطوات العمل

- ١. أضف ٤٠ مل (مأخوذة بدقة) من محلول نترات الفضة إلى ١٠ مل (مأخوذة بدقة) من محلول
   كلوريد الصوديوم.
  - ٢. أضف إلى الخليط (٢- ٣) مل من حامض النتريك المركز.
  - ٣. رشح الخليط باستخدام ورقة ترشيح جافة (ترشيح بالجاذبية).

- ٤. أضف إلى الرشيح (٢- ٣) مل من دليل نترات الحديديك.
  - ٥. املأ السحاحة بمحلول ثيوسيانات البوتاسيوم.
- ٦. عاير الرشيح مع محلول ثيوسيانات البوتاسيوم حتى ظهور اللون الأحمر.
  - ٧. أحسب التركيز المولاري لكلوريد الصوديوم.

التخصص

#### أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

### امتحان ذاتي

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

- لا: للذا تستخدم طريقة موهر في الوسط المتعادل ؟
- ٢. لماذا تستخدم طريقة فولهارد في وسط حامضي؟
- $Ag^+$ . لدينا أيونات  $CrO_4^{2-}$  و  $CrO_4^{2-}$  في تتنافس للتفاعل مع الفضة  $Ag^+$ . من الذي يترسب أولا: كلوريد الفضة أم كرومات الفضة  $Ag^+$  لماذا  $Ag^+$
- ٤. اكتب الصيغة الكيميائية فيما يلي: كلوريد الفضة، كرومات الفضة، أيون الكرومات، أيون البيكرومات، أيون البيكرومات، أيون الثيوسيانات ، ثيوسيانات الفضة.

### إجابة الامتحان الذاتي

١. وذلك للأسباب التالية:

أ. تذوب كرومات الفضة في الأوساط الحمضية:

$$CrO_4^{2-} + H^+ \longrightarrow HCrO_4^{-}$$

كما أن الوسط الحمضي يحول الكرومات إلى الدايكرومات:

$$2CrO_4^{2-} + 2H^+ \iff Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

ب. في الوسط القاعدي تترسب الفضة على هيئة هيدروكسيد:

$$Ag^{+} + OH^{-} \rightarrow AgOH$$

- ٢. لأنه في الوسط القاعدي يترسب الحديد الثلاثي (الدليل) على شكل هيدروكسيد Fe(OH)3.
  - ٣. يترسب كلوريد الفضة لأن ذوبانيته أقل من ذوبانية كرومات الفضة.
- ك. كلوريـد الفضـة: AgCl ، كرومـات الفضـة:  $Ag_2CrO_4$  ، أيـون الكرومـات: AgCl ، أيـون الثيوسيانات: SCN ، ثيوسيانات الفضة:  $CrO_4^{2-}$  ، أيون الثيوسيانات: SCN ، ثيوسيانات الفضة:  $Cr_2O_7^{2-}$  ،

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

معايرات الأكسدة و الاختزال

معايرات الأكسدة و الاختزال

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

التخصص تقنية مختبرات كيميائية

### الجدارة:

أن يكون الطالب قادراً على تنفيذ تجارب معايرات الأكسدة و الاختزال.

#### الأهداف:

بعد الانتهاء من هذه الوحدة التدريبية يكون الطالب قادرا على:

- ١. كتابة المعادلة الكاملة و الموزونة لتفاعلات الأكسدة والاختزال.
  - ٢. تنفيذ تجارب الأكسدة و الاختزال بطريقة صحيحة.
    - ٣. استنتاج تركيز المجهول.

### الوقت المتوقع:

٦ساعات.

### متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر نظم وتقنيات مختبرية .
  - ٢. مقرر الأمان والسلامة.
  - ٣. مقرر الكيمياء العامة.

# التجربة رقم (١): تعيين مولارية برمنجنات البوتاسيوم

#### ١. الخلفية النظرية:

أن برمنجنات البوتاسيوم عامل مؤكسد قوي خصوصاً في الوسط الحمضي تصل برمنجنات البوتاسيوم إلى قوتها التأكسدية القصوى كما هو واضح من خلال المعادلة التالية:

$$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \rightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 5O + 3H_2O$$

أو من خلال المعادلة الالكترونية التالية:

$$MnO_4^{2-} + 8H^+ + 5e^- \rightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$$

يتضح من المعادلة الأخيرة أن عدد الأكسدة للمنجنيز يتغير من +7 إلى +2.

يعتبر حامض الكبريتيك وسط حمضي مناسب وذلك لعدم تأثيره على البرمنجنات في المحاليل المخففة و لا يوصى باستخدام حمض الهيدروكلوريك لأن بعضاً من البرمنجنات سوف تستهلك في أكسدة حمض الهيدروكلوريك إلى الكلور حسب التفاعل التالي :

$$2KMnO_4 + 16HCl \rightarrow 2KCl + 2MnCl_2 + 5Cl_2 + 8H_2O$$

في هذه التجربة فإن التفاعل مابين حمض الأوكساليك و برمنجنات البوتاسيوم يكون كالتالي:

$$2KMnO_4 + 5H_2C_2O_4 + 3H_2SO_4 \rightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 10CO_2 + 8H_2O$$

أو بالصيغة الأيونية:

$$2MnO_4^- + 16H^+ + 5C_2O_4^{2-} \rightarrow 2Mn^{2+} + 8H_2O + 10CO_2$$

يراعى في هذه المعايرة تسخين محلول حامض الأوكساليك إلى حوالي 90 – 60 درجة مئوية حتى لا يتكون راسب بنى أثناء المعايرة .

#### ٢. الأمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

#### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ۱. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette.
- ۳. دورق فیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
    - ه. كأسين Beakers.
      - ٦. قمع Funnel.
- Oxalic Acid  $H_2C_2O_4$  . محلول فياسى من حمض الأكساليك  $\bullet$
- ٨. محلول برمنجنات البوتاسيوم (مجهول التركيز) Potassium Permanganate KMnO<sub>4</sub>.
  - ٩. حمض الكبريتيك المخفف Dilute Sulphuric Acid.

# ٤. خطوات التجربة:

- ا. يوضع ١٠ مل من محلول حمض الأكساليك (مادة سامة ١) بعناية في دورق مخروطي بواسطة الماصة ثم يضاف إليه ٥ مل من حمض الكبريتيك المخفف المعد لهذه التجرية.
  - ٢. تملأ السحاحة بمحلول برمنجنات البوتاسيوم.
- ٣. يضاف برمنجنات البوتاسيوم بعناية مع خلط محتويات الدورق بتحريك الدورق في اتجاه دائري (يلاحظ اختفاء لون البرمنجنات من جراء التفاعل).
  - ٤. يستمر في إضافة البرمنجنات بعناية حتى ظهور لونه ثانيا في محلول التعيير.
    - ٥. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كقراءة نهائية.
      - ٦. تعاد التجربة ٣ مرات و يؤخذ متوسط الحجم.
- ٧. تعاد الخطوات السابقة بتسخين محلول الأكساليك إلى درجة حرارة حوالي 70 درجة مئوية ثم يعاير قبل أن يبرد.

تقنية مختبرات كيميائية

التخصص

# التجربة رقم (٢): تعيين مولارية ثيوكبريتات الصوديوم

#### ١. الخلفية النظرية:

في هذه التجربة (معايرات اليود المباشرة) يستخدم اليود (عامل مؤكسد ضعيف) لمعايرة عامل مختزل قوى و هو ثيوكبريتات الصوديوم.

الطرق المباشرة ليود عادة ما تجرى في وسط متعادل أو قاعدي ضعيف أو حمضي ضعيف و ذلك للأسباب التالية:

۱.  $\underline{\mathscr{L}}$  الوسط القاعدي القوي يتحول اليود إلى ايون الهيبوأيودات  $\mathrm{IO}^{-}$  و اليوديد  $\mathrm{II}^{-}$ 

$$I_2 + 2OH^- \rightarrow IO^- + I^- + H_2O$$

٢. في الوسط الحمضي القوي يتأثر النشا الذي يستخدم كدليل في هذه المعايرة حيث يحدث له تميؤ و يتحلل مما يؤثر على نقطة النهاية. كما يتأكسد أيضا اليوديد بفعل أكسجين الهواء في الوسط الحمضى القوى:

$$4I^{-} + O_2 + 4H^{+} \rightarrow 2I_2 + 2H_2O$$

# ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

# ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ا. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette.
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
    - ٥. ڪأسين Beakers
      - ٦. قمع Funnel.
    - ٧. محلول اليود (مجهول التركيز).
- . Sodium Thiosulfate  $Na_2S_2O_3$  محلول قياسي من ثيوكبريتات الصوديوم ٨.
  - ٩. دليل النشا Starch Indicator

# ٤. خطوات التجربة:

- ١. تملأ السحاحة بمحلول اليود.
- ۲. تنقل ۱۰ مل من محلول ثيوكبريتات الصوديوم القياسي إلى دورق مخروطي و يضاف إليها ٣ مل من
   محلول النشا المعد لهذه التجربة و يحرك محتويات الدورق في شكل دائرى ليتم خلاط محتوياته.
- ٣. يضاف محلول اليود من السحاحة مع استمرار تحريك الدورق في شكل دائري حتى يظهر لون أزرق باهت.
  - ٤. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كقراءة نهائية.
    - ٥. تعاد التجربة ٣ مرات و يؤخذ متوسط الحجم.

# التجربة رقم (٣): تقييس محلول ثيوكبريتات الصوديوم باستخدام محلول قياسي من يودات البوتاسيوم النقية

#### ١. الخلفية النظرية:

في هذه التجربة تستخدم الطريقة الأيودومترية لتقييس (تعيير) محلول ثيوكبريتات الصوديوم حيث يتفاعل محلول يودات البوتاسيوم القياسي KIO<sub>3</sub> مع زيادة من يوديد البوتاسيوم في المحلول المحمض ثم يعاير اليود المتحرر مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم المضاف من السحاحة حتى يتغير اللون البني لمحلول اليود المتحرر إضافة إلى الأصفر الباهت ثم تضاف بضعة قطرات من محلول النشا معطية محلولا أزرق. بعد ذلك تستمر إضافة محلول الثيوكبريتات نقطة نقطة حتى يختفى اللون الأزرق.

التفاعلات الحادثة كما يلى:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3H_2O + 3I_2$$
  
Or:  $KIO_3 + 5KI + 3H_2SO_4 \rightarrow 3K_2SO_4 + 3H_2O + 3I_2$   
 $I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$   
Or:  $I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$ 

#### مثال:

أضيف ١ جرام من يوديد البوتاسيوم إلى ١٠ مل من محلول يودات البوتاسيوم تركيزه ١,٠٢٥ مولار المحمض بحامض الكبريتيك المخفف. تمت معايرة اليود المتحرر من هذا التفاعل مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم فكان الحجم المستعمل من الثيوكبريتات للوصول إلى نقطة التعادل ١٥ مل. أحسب التركيز المولاري لمحلول ثيوكبريتات الصوديوم.

#### الحل:

التفاعلات الحادثة هي كالآتي:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3I_2 + 3H_2O$$
  
 $I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$ 

نسب التفاعل هي كالآتي:

$$IO_3^- \equiv 3I_2$$

$$I_2 \equiv 2S_2O_3^{2-1}$$

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

تقنية مختبرات كيميائية

$$\therefore IO_3^- \equiv 6S_2O_3^{2-}$$

أي أن:

 $1 \text{ mol } IO_3^- \equiv 6 \text{ mol } S_2O_3^{2-}$ 

و يحسب تركيز الثيوكبريتات كالآتي:

$$\frac{0.025 \times \frac{10}{1000}}{M_{s_2 o_3^{2-}} \times \frac{15}{1000}} = \frac{1}{6}$$

$$M_{s_2 o_3^{2-}} = 0.1M$$

#### ٢. الأدوات

- ۱. ساحة.
- ۲. ماصة.
- ٣. دورق قياسي.
- ٤. دورق مخروطي.
  - ٥. كأس.
  - ٦. مخبار مدرج.
    - ٧. ملعقة وزن.
- ۸. میزان حساس.

# ٣. الكيمياويات والمحاليل

- ١. يوديد البوتاسيوم الصلب.
- ٢. محلول ثيوكبريتات الصوديوم مجهول التركيز.
  - ٣. محلول قياسي من يودات البوتاسيوم.
  - ٤. محلول مخفف من حامض الكبريتيك
    - ٥. دليل النشا.

# ٤. طريقة العمل

- ١. انقل بالماصة ٥ مل من محلول يودات البوتاسيوم إلى دورق مخروطي.
  - ٢. أضف إلى الدورق ١ جرام من يوديد البوتاسيوم.
  - ٣. حمّض محلول الدورق بحمض الكبريتيك المخفف.
    - ٤. املأ السحاحة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم.
- ٥. عاير اليود المتحرر مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم حتى يصبح محلول الدورق ذو لون أصفر باهت.
  - ٦. أضف دليل النشا إلى محلول الدورق فينتج لون أزرق غامق.
    - ٧. استمر بالمعايرة حتى زوال اللون الأزرق.

# امتحان ذاتي

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

ا. لماذا لا يستخدم حامض الهيدروكلوريك أو حامض النتريك كوسط حمضي عند استخدام برمنجنات البوتاسيوم في المعايرة .

٢. استخدمت 35 سم من محلول برمنجنات البوتاسيوم لأكسدة 0.2145 جرام من عينة لحامض
 الأوكساليك ثنائي المائية احسب تركيز محلول برمنجنات البوتاسيوم.

# إجابة الامتحان الذاتي

١. وذلك للأسباب التالية:

أ. بعض البرمنجنات تستهلك في أكسدة حامض HCl إلى الكلور:

 $KmnO_4 + 16HCl \rightarrow 2KCl + 2MnCl_2 + 8H_2O + 5Cl_2$ 

ب. حامض HNO<sub>3</sub> عامل مؤكسد ويمكن أن يتداخل مع التأثير المؤكسد للبرمنجنات .

۲. 0.01952 مولار.

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

معايرات المركبات التي تتضمن تكوين مركب معقّد

#### الجدارة:

أن يكون الطالب قادراً على تنفيذ معايرات المركبات التي تتضمن تكوين مركب معقّد.

#### الأهداف:

بعد الانتهاء من هذه الوحدة يكون الطالب قادرا على الآتى:

تنفيذ هذه المعايرة.

استنتاج التركيز المجهول.

# الوقت المتوقع للتدريب:

ساعتان.

#### متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر نظم وتقنيات مختبرية.
- ٢. مقرر الأمان والسلامة في المختبرات الكيميائية.
  - ٣. مقرر الكيمياء العامة.

# التجربة رقم (١): تعيين تركيز الكلسيوم و المغنيسيوم في خليط

#### ١. الخلفية النظرية:

يطلق لفظ الماء المعسر عندما تكون عينة الماء محتوية عادة على 'Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup> أو أي أيون أخر له القدرة على تكوين ستيرات Stearates غير ذائبة. و الماء العسر نوعان :

- الماء ذو العسرة المؤقتة : سببه وجود بيكربونات الكالسيوم و المغنيسيوم والحديد يمكن التخلص من هذه الأملاح إما بالغليان أو إضافة ماء الجير (هيدروكسيد الكالسيوم) .
- ٢. الماء ذو العسرة الدائمة : سببه وجود كبريتات الكالسيوم و المغنيسيوم والحديد وأحياناً كلوريدات هذه المعادن لا يمكن إزالة هذه الأملاح بالغليان ، بل يجب إتباع الطرق التالية:
  - إضافة كربونات الصوديوم.
- استخدام مزيلات العسرة التجارية مثل Permutit حيث أن هذا المركب ينتمي لطائفة من المركبات تسمى الزيوليتات Zeolites وهي سليكات معدنية طبيعة المنشأ.
  - استخدام المبادلات الأيونية Ion exchange resins -

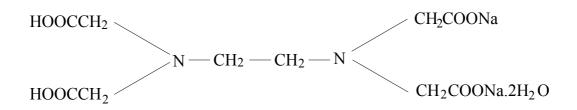
يمكن تقدير أيونات الكالسيوم و المغنيسيوم الموجودة في المحاليل بالمعايرة مع محلول EDTA حيث يكوّن كل منهما معقداً مخلبياً Chelate Complex طبقاً للمعادلة:

$$M^{2+} + H2Y^{2-} \rightarrow MY^{2-} + 2H^{+}$$

حيث أن:

.  $Mg^{2+}$  و  $Ca^{2+}$  قمثل  $M^{2+}$ 

-H2Y<sup>2</sup>: هو ملح ثنائي الصوديوم لـ إدتا (الشكل ١).



الشكل (١): التركيب الكيميائي للعامل المعقد ملح إدتا (اثيلين ثنائي امين رباعي حمض الخليك ثنائي الشكل (١): التركيب الكيميائي للعامل المعقد ملح إدتا (اثيلين ثنائي التركيب الكيميائي العامل المعوديوم Na<sub>2</sub>H<sub>2</sub>Y)

يتكون مركب معقد نتيجة لتفاعل محلول EDTA مع أيون العنصر بنسبة ١:١ بغض النظر عن تكافؤ العنصر ، ففي حالة تفاعل EDTA مع "Ca²+ يتم ضبط الرقم الهيدروجيني عند pH=12 ثم يضاف دليل الميروكسيد الذي يكون مركبا معقداً مع "Ca²+ ثم يجري المعايرة باستخدام محلول EDTA حتى نقطة النهاية.

عندما يتفاعل إدتا مع  $Mg^{2+}$  و  $Mg^{2+}$  يتم ضبط الرقم الهيدروجين عند pH=10 ثم يضاف دليل أيريكروم بلاك تي الذي يكون مركبا معقداً مع  $Mg^{2+}$  و  $Ca^{2+}$  ثم تجري المعايرة باستخدام محلول EDTA حتى نقطة النهاية.

#### ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

#### ٣. الأدوات و المواد المستخدمة:

- ۱. سحاحة Burette.
  - ۲. ماصة Pipette.
- ۳. دورق قیاسی (۱۰۰ مل) Volumetric flask.
  - ٤. دورق مخروطي Conical flask.
    - ه. كأسين Beakers
      - ٦. قمع Funnel.
    - ٧. محلول إدتا القياسي.
- ۸. محلول خليط من  $Ca^{2+}$  و  $Mg^{2+}$  (مجهول التركيز).
- ٩. محلول منظم من هيدروكسيد الأمونيوم و كلوريد الأمونيوم pH = 10 و pH = 12 ).
- ۱۰. محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (۲۰٪) دليل إيريوكروم بلاكتي Eriochrome Black T و الميروكسيد.
  - ۱۱. ورق pH قياسي.

#### ٤. خطوات التجرية:

# أ ـ تعيين تركيز الكالسيوم:

- ١. خذ ١٠ مل من محلول الخليط إلى دورق مخروطي بالماصة.
- ۲. أضف قطرات من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم للحصول على pH = 12 و يمكن التأكد من ذلك باستخدام ورق pH القياسى.
  - ٣. أضف دليل الميروكسيد.
  - ٤. أضف محلول إدتا من السحاحة حتى يتغير لون المحلول من الأحمر القرمزي إلى اللون البنفسجي.
- ه. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كقراءة نهائية (ويكون حجم EDTA في هذه الحالة مكافئ للكالسيوم  $V_1$ ).
  - ٦. تعاد الخطوات السابقة ٣ مرات.

#### ب ـ تعيين تركيز المغنيسيوم:

- ١. خذ ١٠ مل من محلول الخليط إلى دورق مخروطي بالماصة.
- pH كن أضف قطرات من المحلول المنظم (هيدروكسيد الأمونيوم + كلوريد الأمونيوم) للحصول على PH . أضف قطرات من المحلول المنظم (هيدروكسيد الأمونيوم + كلوريد الأمونيوم) للحصول على 10 =.
  - ٣. أضف قطرات من دليل إيريوكروم بلاكتي.
  - ٤. أضف محلول إدتا من السحاحة حتى يتغير لون المحلول من الأحمر إلى اللون الأزرق.
- ٥. تؤخذ قراءة السحاحة و تسجل كقراءة نهائية (يكافئ الحجم في هذه الحالة الحجم المكافئ للكالسيوم و للمغنيسيوم  $V_2$ ).
- V= V . تعاد الخطوات السابقة ٣ مرات و يؤخذ متوسط الحجم. يحسب الحجم المكافئ للمغنيسيوم  $V= V_1 V_2$  .

# امتحان ذاتي

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

- ١. اشرح مما ينشأ عسر الماء ؟ اذكر أنواعه وأسباب تكوين كل نوع .
- ٢. أضيف محلول منظم وبضع قطرات من دليل إيروكروم بلاك تي إلى 50 سم من الماء الحنفية احتاج المحلول للمعايرة الكاملة إلى 9.8 سم من ١٠,٠ مولار من محلول إدتا. احسب عسرة الماء مقدرة ب ppm من الكالسيوم مفترضاً بأن سبب العسرة هي أملاح الكالسيوم.

# إجابة الامتحان الذاتي

ا. يطلق لفظ الماء المعسر عندما تكون عينة الماء محتوية عادة على Ca, Mg, Fe أو أي أيون آخر له القدرة على تكوين ستيرات stearates غير ذائبة.

#### الماء العسر نوعان:

- الماء ذو العسرة المؤقتة : سببه وجود بيكربونات الكالسيوم و المغنيسيوم والحديد يمكن التخلص من هذه الأملاح إما بالغليان أو إضافة ماء الجير (هيدروكسيد الكالسيوم).
- الماء ذو العسرة الدائمة : سببه وجود كبريتات الكالسيوم و المغنيسيوم والحديد وأحياناً كلوريدات هذه المعادن لا يمكن إزالة هذه الأملاح بالغليان ، بل يجب إتباع الطرق التالية :

إضافة كربونات الصوديوم.

استخدام مزيلات العسرة التجارية مثل permutit حيث أن هذا المركب ينتمي لطائفة من المركبات تسمى الزيوليتات Zeolites وهي سليكات معدنية طبيعة المنشأ.

. Ion exchange resins استخدام المبادلات الأيونية

. 78.6 ppm .Y

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

التحليل الوزني

#### الجدارة:

أن يكون الطالب قادرا تنفيذ تجارب التحليل الوزني بطريقة صحيحة.

#### الأهداف:

- ١. أن يكون الطالب قادراً على تنفيذ التجارب.
- ٢. أن يكون الطالب قادراً على إجراء الحسابات واستنتاج عدد جزيئات ماء التبلر الموجودة في كلوريد الباريوم المائي.
  - ٣. أن يكون الطالب قادراً على إجراء الحسابات واستنتاج النسبة المئوية للصوديوم في العينة.

# الوقت المتوقع:

٦ ساعات.

# متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر نظم وتقنيات مختبرية .
  - ٢. مقرر الأمان والسلامة .
  - ٣. مقرر الكيمياء العامة .

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

#### تقنية مختبرات كيميائية

# التحليل الوزني

#### ١. مقدمة:

في التحليل الوزني يتم ترسيب العنصر المراد تقديره على شكل مركب شحيح الذوبان و بعد تجفيفه (أو حرقه) يمكن وزنه و بعد الحسابات تستنتج نسبته في العينة.

و تتم عملية التحليل الوزني على عدة خطوات و هي:

- ١. المعالجة المبدئية.
  - ۲. الترسيب.
  - ٣. الترشيح.
- ٤. التجفيف أو الحرق.
  - <sup>٥</sup>. الوزن.
  - ٦. الحسابات.

#### أ ـ المعالجة المبدئية:

في هذه المرحلة يتم ضبط الظروف المناسبة للتجربة كضبط درجة الحرارة و الرقم الهيدروجيني و الأحجام و التراكيز و فصل المتداخلات.

#### ب ـ الترسيب:

يتم اختيار الراسب المناسب بحيث يكون شعيح الذوبان.

# ج ـ الترشيح:

يستخدم طريقتين في عملية الترشيح:

- الترشيح بواسطة ورق الترشيح: يستخدم ورق الترشيح عديم الرماد بحيث أنه لا يتبقى من الورق الارشيح بواسطة ورق الترشيح الراسب الاكمية ضئيلة جدا يمكن إهمالها 5-1 X 10 جرام. تختار المسامات المناسبة لترشيح الراسب بحيث لا تسمح بمرور الحبيبات من خلالها.
- ٢. الترشيح بواسطة بوتقة الترشيح: يتم الترشيح بهذه الطريقة في الحالات التي يجفف فيها الراسب و لا يمكن حرقه في وجود الورقة.

# ج ـ التجفيف أو الحرق:

يتم التجفيف عند درجة 110 درجة مئوية في فرن تجفيف لمدة ساعة تقريبا و بعد ذلك ينقل إلى المجفف لكى. يوزن الراسب بعد أن يبرد.

للحصول على الصورة الموزونة نضطر في بعض التجارب إلى الحرق الذي يتم عند درجة عالية، عادة 450 ـ 900 ، يمكن أن تصل حتى 1200 درجة مئوية.

#### د ـ الوزن:

في عملية الوزن يستخدم ميزان حساس بحيث أن نحصل على دقة  $0.00001 \pm$  جرام.

#### و ـ الحسابات:

يتم حساب أولا المعامل الوزني GF:

$$GF = \frac{MW \text{ (or atomic weight) of analyte}}{MW \text{ of weighed substance}} \times \frac{a}{b}$$

# علما بأن:

MW : الوزن الجزيئي.

analyte : المادة المراد تقديرها.

Weighed substance : المادة الموزونة.

a : عدد مولات المادة المراد تقديرها.

b : عدد مولات المادة الموزونة.

و يحسب وزن المادة المراد تقديرها:

تقنية مختبرات كيميائية

و أخيرا تحسب النسبة لمئوية للمادة المراد تقديرها:

Weight % of analyzed substance = 
$$\frac{GF \times weight \text{ of precipitate (g)}}{weight \text{ of sample (g)}} \times 100$$

#### مثال:

تم ترسيب عنصر الكالسيوم الموجود في عينة من ماء الصنبور (حجمها 200 مل) على شكل أكسالات الكالسيوم CaC2O4. بعد الترسيب يتم ترشيح غسل و حرق الراسب في بوتقة وزنها 26.6002 جرام. وزن البوتقة + CaC2O4 مل من الماء.

#### الحل:

. أولا نحسب GF:

$$GF = \frac{40.08}{56.08} = 0.7147$$

علما بأن:

الوزن الذري للكالسيوم يساوي 40.08.

الوزن الجزيئي لـ CaO = 56.08

ـ نحسب وزن Ca في العينة (200) مل:

Weight of Ca (g) =  $0.7147 \times 0.1132$  (g) = 0.8094 g

علما بأن وزن الراسب بعد الحرق (CaO) = 26.6002 - 26.7134 = 0.1132 = 26.6002 جرام.

الوحدة الخامسة	١٦٥ كيم	التخصص
التحليل الوزني	أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)	تقنية مختبرات كيميائية

ـ نحسب وزن ca في 100 مل:

$$0.8094 \text{ g} \rightarrow 200 \text{ ml}$$
  
 $x \rightarrow 100 \text{ ml}$   
 $x = 0.4047 \text{ g}$ 

التحليل الوزني

التخصص

# التجربة رقم (١): تقدير جزيئات ماء التبلر في كلوريد الباريوم المائي

#### ١. الخلفية النظرية:

يفقد كلوريد الباريوم المائي جزيئات ماء التبلر عند رفع درجة حرارته إلى حوالي °C لمدة نصف ساعة تقريباً ، وبذلك يمكن وزن عينة منه قبل وبعد التجفيف ، ومن النقص في الوزن يمكن حساب عدد جزيئات ماء التبلر.

# ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

# ٣. المواد الكيميائية و الأدوات:

- 1. كلوريد الباريوم المائي BaCl<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O.
  - ۲. ماء مقطر Distilled water
  - ۳. فرن تجفیف Drying oven.
    - ٤. مجفف Desiccator.
      - ه. بوتقة Crucible.
        - ٦. ميزان حساس.

# ٤. خطوات التجربة:

- ١. زن بدقة 1.0000 جرام تقريبا من كلوريد الباريوم المائي في بوتقة جافة فارغة نظيفة معلوم وزنها.
  - ٢. ضع البوتقة داخل فرن التجفيف لمدة 30 دقيقة.
  - ٣. اخرج البوتقة من الفرن و ضعها في الحال داخل المجفف لمدة 20 دقيقة حتى تبرد تماما.
  - ٤. زِن البوتقة و بداخلها كلوريد الباريوم اللامائي Anhydrate barium chloride و أوجد وزنه.
    - ٥. أحسب عدد جزيئات ماء التبلر في العينة.

٥. الحسابات:

MW of BaCl<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O  $\rightarrow$  MW of BaCl<sub>2</sub> 208.246 + 18x  $\rightarrow$  208.246  $\rightarrow$  .....

و من هذه المعادلة يمكن إيجاد قيمة x و التي تعبر عن عدد جزيئات ماء التبلر.

# التجربة رقم (٢): تقدير الصوديوم

# ١. الخلفية النظرية:

NaZn(UO)<sub>2</sub>(CH<sub>3</sub>COO)<sub>9</sub>.6H<sub>2</sub>O يتم تقدير الصوديوم على هيئة صوديوم خلات يورانيل الزنك المحمضة بحمض الخل ، ونظراً لقابلية الراسب حيث يتم بترسيبه بواسطة محلول خلات يورانيل الزنك المحمضة بحمض الخل ، ونظراً لقابلية الراسب الشديدة للذوبان أثناء الترشيح يتم ترشيحه بالطريقة التالية:

يغسل الراسب بجزء صغير من المرسب لإزالة أي أملاح أخرى موجودة ثم يغسل بالإيثانول الذي يزيل الزيادة من المرسب ثم يغسل بالاسيتون الذي يسهل ويسرع من عملية التجفيف.

#### ٣. الآمان والسلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

#### ٣. المواد الكيميائية و الأدوات:

- ١. محلول كلوريد الصوديوم تريكزه 2g/L.
  - كاشف خلات يورانيل الزنك\*.
    - ٢. الإيثانول.
    - ٣. الأسيتون.
    - ٤. ماء مقطر.
  - ٥. أدوات ترشيح (بوتقة ترشيح رقم ٤).
    - ٦. ميزان حساس.
    - ٧. كأس سعة 50 مل.
      - ۸. ماصة.
      - ٩. موقد بنزن.

<sup>\*</sup> يحضر كاشف خلات يورانيل الزنك بخلط أحجام متساوية من المحلول (أ) و المحلول (ب). يترك الخليط لمدة 24 ساعة ثم يرشح).

- أ ـ المحلول (أ): ذوب 20 جرام من خلات اليورانيل  $UO_2(C_2H_3O_2)_2.2H_2O$  المبلور  $\stackrel{\text{\tiny \#}}{=}$  4 مل من حمض المخليك المركز و 100 مل من الماء (ربما يكون التسخين ضروري).
- ب. المحلول (ب): ذوب 60 جرام من خلات الزنك  $2n(C_2H_3O_2)_2.3H_2O$  يفي 3 مل من حمض الخليك المركز و 100 مل من الماء.

#### ٤. خطوات التجرية:

- انقل بدقة 10 مل من محلول كلوريد الصوديوم تركيزه 2g/L إلى كأس سعة 50 مل.
  - ٢. بخر المحلول حتى الجفاف على لهب بنزن.
- ٣. أذب الملح المتبقي في حوالي 1 مل من الماء المقطر، ثم أضف 10 مل من كاشف خلات يورانيل
   الزنك.
  - ٤. اترك المحلول عند درجة حرارة الغرفة لمدة ٤٥ دقيقة.
  - ٥. رشح المحلول خلال بوتقة الترشيح رقم ٤ المعلوم وزنها من قبل.
  - ٦. أغسل الراسب خمس مرات ـ كل مرة بحوالي 2 مل من كاشف خلات يورانيل الزنك.
    - ٧. أغسل الراسب خمس مرات ـ كل مرة بحوالي 2 مل من الإيثانول.
    - ٨. أغسل الراسب خمس مرات ـ كل مرة بحوالي 2 مل من الأسيتون.
    - ٩. أترك الراسب ليجف عند درجة حرارة الغرفة لمدة 30 دقيقة، و أوجد وزن الراسب.

# ٥. الحسابات:

يحسب المعامل الوزني GF كالآتي:

$$GF = \frac{\text{atomic weight of sodium}}{\text{MW of NaZn(UO}_2)_3(C_2H_3O_2)_9.6H_2O}$$

و تحسب النسبة المئوية للصوديوم كالآتي:

$$\%$$
(Na) =  $\frac{\text{wt. of precipitate} \times \text{GF}}{\text{sample weight}} \times 100$ 

# التجربة رقم (٣): تقدير الكلوريد

# ١. الخلفية النظرية

يتم تقدير الكلوريد (كمجموعة متأينة) بترسيبه على هيئة كلوريد الفضة الشحيح الذوبان بواسطة محلول نترات الفضة. و يلاحظ إضافة حمض النتريك المركز خلال التجربة ليساعد على تجميع الراسب و منع التداخل من بعض الآنيونات الأخرى مثل الكربونات و الفوسفات.

$$Cl^{-} + AgNO_3 \rightarrow AgCl + NO_3^{-}$$

كما يلاحظ تجميع الراسب في مكان مظلم لا يتأثر بضوء الشمس.

#### مثال:

عينة غير نقية من ملح كلوريد الصوديوم وزنها ٥,٣٢ جرام أضيف لها محلول من نترات الفضة فترسب جميع الكلوريد الموجود في العينة على هيئة كلوريد الفضة وزنه ٥,٣٧ جرام. أحسب النسبة المئوية الوزنية للكلوريد في العينة.

#### الحل:

نحسب أولا المعامل الوزني (Gravimetric Factor (GF):

$$GF = \frac{MW \text{ (or atomic weight) of analyte}}{MW \text{ of weighed substance}} \times \frac{a}{b}$$

#### علما بأن:

MW : الوزن الجزيئي، analyte : المادة المراد تقديرها ، Weighed substance : المادة الموزونة (وزن الراسب) ، a : عدد مولات المادة المراد تقديرها ، b : عدد مولات المادة الموزونة.

$$GF = \frac{35.5}{143.5}$$

$$GF = 0.2474$$

و أخيرا نحسب نسبة الكلوريد في العينة كالآتي:

Weight % of analyzed substance =  $\frac{GF \times weight \text{ of precipitate (g)}}{weight \text{ of sample (g)}} \times 100$ 

$$Cl\% = \frac{0.2474 \times 5.37}{5.32} \times 100$$

$$C1\% = 25.\%$$

# ٢. الأدوات المستخدمة

- ١. كأس سعة ٤٠٠ مل.
  - ۲. میزان حساس.
  - ٣. محراك زجاجي.
    - ٤. جهاز ترشيح.
    - ٥. بوتقة ترشيح.

# ٣. المحاليل الكيميائية والكيمياويات

- ١. كلوريد الصوديوم الجاف.
  - ٢. حمض النيتريك المركز.
- ٣. حمض النيتريك (٧/٧) 1%.
- محلول نترات الفضة 0.2N.

#### ٤. طريقة العمل:

- ١. أوزن بدقة ٣,٢ جرام من كلوريد الصوديوم الجاف و أنقلها إلى كأس سعة ٤٠٠ مل.
  - ١. أذب العينة في قليل من الماء المقطر ثم خفف المحلول بالماء إلى حوالي ١٥٠ مل.
    - ٣. أضف حوالي ١٠ قطرات من حمض النيتريك المركز.
- أضف محلول نترات الفضة 0.2N مع التقليب ببطء حتى يكتمل الترسيب (يمكنك التأكد من المرسب فلا يتكون راسب جديد).
  - ٥. سخن المحلول المعلق حتى الغليان مع التقليب حتى يتجمع الراسب.
- آبعد الكأس عن اللهب، اترك الراسب ليستقر و اكشف مرة أخرى عن تمام الترسيب، فإذا لم
   يتكون راسب جديد كرر التسخين مع التقليب.
  - ٧. ضع الكأس مغطى بزجاجة ساعة في مكان مظلم لمدة ٤٥ دقيقة.
    - ٨. رشح المحلول خلال بوتقة ترشيح رقم ٤ سبق وزنها من قبل.
      - ٩. أغسل الراسب بمحلول مخفف من حمض النتريك.
  - ١٠. ضع البوتقة و بداخلها الراسب في فرن التجفيف عند ٢٠٠ درجة مئوية لمدة ٤٥ دقيقة.
  - ١١. أخرج البوتقة من الفرن و ضعها في المجفف لمدة ٢٠ دقيقة حتى تبرد تماما و أوزن الراسب.
    - ١٢. أحسب النسبة المئوية للكوريد في العينة المعطاه لك.

# النتائج:

وزن البوتقة + كلوريد الصوديوم =

وزن البوتفة فارغة =

وزن كلوريد الصوديوم =

وزن البوتقة + كلوريد الفضة =

وزن البوتقة فارغة =

وزن كلوريد الفضة =

# امتحان ذاتي

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

- 1. اذكر خطوات التحليل الوزني.
- ٢. أحسب المعمل الوزني فيما يلي:

الراسب	المادة المراد تقديرها	م.
$Ag_3PO_4$	P	ٲ
Ag <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	ب
BaSO <sub>4</sub>	$\mathrm{Bi}_2\mathrm{S}_3$	ج

 $^{\circ}$ . تم تقدير أيون الفوسفات  $^{\circ}$   $^{\circ}$   $^{\circ}$  بعد ترسيبه على شكل مركب  $^{\circ}$   $^{\circ}$   $^{\circ}$  وزن العينة يساوي ٢,٢٧١١ جرام و وزن الراسب يساوي ١,١٦٨٢ جرام. احسب النسبة المتوية للفوسفور P في العينة.

# إجابة الامتحان الذاتي

- ١. خطوات التحليل الوزني هي:
  - ١. المعالجة المبدئية.
    - ٢. الترسيب.
    - ٣. الترشيح.
  - ٤. التجفيف أو الحرق.
    - ه. الوزن.
    - ٦. الحسابات.
- ٢. (أ) ١٩١٤٠٠ ، (ب) ١٩١٣٥، ، (ج) ٢٤٣٥،٠.
  - ./ V.111 . T

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

الكشف عن الشقوق القاعدية (الكاتيونات)

#### الجدارة:

بعد الانتهاء من هذه الوحدة يكون الطالب قادرا على الكشف عن الشقوق القاعدية للأملاح البسيطة.

#### الأهداف:

أن يكون الطالب قادراً على تنفيذ تجارب الكشف عن الكاتيونات في الأملاح البسيطة و استنتاج وجود أو عدم وجود هذه الكاتيونات في المجاهيل.

# الوقت المتوقع:

۱۰ ساعات.

# متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر "نظم وتقنيات مختبرية".
- ٢. مقرر "الآمان والسلامة في المختبرات الكيميائي".
  - ٣. مقرر "الكيمياء العامة".

# الكشف عن الشقوق القاعدية (الكاتيونات)

#### ١. مقدمة:

التحليل النوعي هو أحد أقسام الكيمياء التحليلية العملية و هدفه الرئيسي هو الكشف عن مكونات عينة ما معتمدا أساسا على خواصها الكيمائية أو الفيزيائية. ينقسم هذا النوع من التحليل الكيميائي إلى فرعين: تحليل المركبات الغير عضوية و تحليل المركبات العضوية. في هذا الجزء سنتعرف على طرق الكشف عن كاتيونات (الشقوق القاعدية) و آنيونات (الشقوق الحامضية) الأملاح البسيطة و المخاليط للمواد غير العضوية. و هناك العديد من الاختبارات التي تجرى على العينة و هي:

- ١. اللون.
- ٢. اختبار الذوبانية.
- ٣. الاختبارات الرطبة.
- ٤. الاختبارات الجافة.

### أ ـ اللون:

قد يفيد في أخذ فكرة مبدئية عن الملح كما هو موضح في الجدول (٦٠١):

الجدول (٦-١): العلاقة بين لون الملح و العنصر المحتمل

المراجعة الم	
العنصر المحتمل	لون الملح أو محلوله
احتمال وجود نحاس	أزرق قاتم
احتمال وجود الحديدوز	أخضر باهت
احتمال وجود نحاس أو نيكل	أخضر
احتمال وجود كروم	أخضر قاتم
احتمال وجود حديديك	أصفر
احتمال وجود منجنيز	لون البشرة
احتمال وجود كوبلت	أحمر وردي

# ب ـ اختبار الذوبانية:

تذوب كمية صغيرة من الملح في كمية مناسبة من الماء و ينتج محلولاً شفافا (في حالة كون الملح قابل للذوبان). و الجدول التالي يوضح المركبات الشائعة الذوبان في الماء:

### الجدول (٦.٦): قابلية ذوبان المركبات في الماء

المركبات التي تذوب في الماء		
القابلية للذوبان	المركبات	
كلها تذوب في الماء فيما عدا أملاح "Hg2 <sup>2+</sup> ، Ag و "Pb <sup>2+</sup> كلوريد و بروميد الرصاص يذوب في الماء الساخن – كلوريدات البزموث و الأنتمون يصعب إذابتها في الماء	الكلوريدات، البروميدات و اليوديدات	
كلها تذوب في الماء	البيكربونات	
كلها تذوب في الماء فيما عدا كبريتات <sup>+2</sup> Ba و Sr <sup>2+</sup> أما كبريتات <sup>+</sup> Pb و Pb <sup>2+</sup> فهي قليلة الذوبان في الماء	الكبريتات	
كلها تذوب في الماء فيما عدا نتريت <sup>+</sup> Ag	النتريتات	
كلها تذوب في الماء	النترات	
كلها تذوب في الماء	الكلورات	
المركبات التي لا تذوب في الماء (شحيحة الذوبان)		
القابلية لذوبان	المركبات	
لا تذوب في الماء فيما عدا كربونات *Na و *K و *NH4	الكريونات	
$NH_4^+$ و $K^+$ و $K^+$ و $Na^+$ الماء فيما عدا أملاح $Na^+$	الفوسفات و الأوكسالات	
لا تذوب في الماء فيما عدا كبريتات الفلزات القلوية	الكبريتات	
$Ba^{2+}$ و $Sr^{2+}$ و $NH_4^+$ و $K^+$ و $NH_4^+$ و $Na^+$ و $Na^+$ و $Sr^{2+}$ و $Sr^$	الكبريتيدات	
لا تذوب في الماء فيما عدا مركبات "Na و "K - أما هيدروكسيدات "Ca <sup>2+</sup> و	الأكسيدات و	
-Sr <sup>2+</sup> و Ba <sup>2+</sup> فهي قليلة الذوبان <u>ف</u> الماء	الهيدروكسيدات	

# ج ـ الاختبارات الرطبة Wet tests:

تجرى على محاليل العينات و يمكن أن ينتج عنها:

- ١. تكون راسب ذو لون معين.
  - ٢. تغير لون المحلول.
- ٣. تصاعد غاز يمكن التعرف عليه من خلال رائحته أو لونه.

# د: الاختبارات الجافة Dry tests:

تجرى على المادة الصلبة مثل إحراقها على موقد بنزن Bunsen burner أو بغمس طرف من البلاتين في محلول العينة و وضعه في اللهب حيث ينتج إشعاع ذو لون معين للعنصر المراد كشفه. و تمتاز الكاتيونات بصفات مشتركة كما تمتاز الآنيونات بصفات مشتركة تختلف عن الكاتيونات و لذا تختلف طرق الكشف من مجموعة إلى أخرى.

### ٢. توزيع الكاتيونات:

صنفت الكاتيونات الشائعة إلى ستة مجموعات (الجدول ٦.٣) و كل مجموعة تمتاز بكاشفها الخاص بها و الذي يرسب كل الأيونات التي تحتويها و يسمى هذا الكاشف بكاشف المجموعة reagent الخاص بها و الذي يرسب كل الأيونات التي تحتويها و يسمى هذا الكاشف بكاشف المجموعة التي تستعمل أثناء التجارب التأكيدية التي تجرى للتعرف عن أيونات مجموعة ما، فهي تسمى بالكواشف النوعية Specific reagents. و يجب الملاحظة أن كاتيونات كل مجموعة لا تتفاعل مع كواشف المجموعة السابقة و لكن يمكن أن تتفاعل مع كواشف المجموعات التالية. و يجب إتباع خطوات الكشف كما هو موضح هنا لكي تتم عملية الكشف بنجاح.

- ١. قبل الكشف عن كاتيونات أي مجموعة لابد من تنظيف أنابيب الاختبار و هذا باستعمال فرشة تنظيف الأنابيب المستعملة في نهاية كل حصص العملي.
- ٢. يجب الكشف عن المجموعات الست حسب الترتيب المذكور كما يجب إتباع طرق العمل
   بدقة للحصول على نتائج صحيحة.
- ٣. ضع في الأنبوبة النظيفة محلول العينة و أضف محلول كاشف المجموعة و إذا لم يحدث أي شيء انتقل إلى المجموعة التالية أما إذا تكون راسب فأجر التجارب التأكيدية مستعملاً جدول الكشف المناسب.

تقنية مختبرات كيميائية

# الجدول (٦ ـ ٣): جدول توزيع الكاتيونات

الصفات المشتركة	كاشف المجموعة	الكاتيونات	المجموعة
كلوريدراتها لا تذوب في حامض الهيدروكلوريك	حمض الهيدروكلوريك المخفف	فضة ، زئبقوز ، رصاص	الأولى
كبريتيداتها لا تذوب في حامض الهيدروكلوريك و لكن كبريتيدات العناصر الثلاثة الأخيرة تذوب في محلول كبريتيد الأمونيوم	كبريتيد الهيدروجين في وسط حامضي (استخدام حامض الهيدروكلوريك)	زئبقیك، نحاس، بزموث كادميوم، زرنيخ، أنتمون	الثانية
تترسب على هيئة هيدروكسيدات	كلوريد الأمونيوم و هيدروكسيد الأمونيوم	حديد، ألمنيوم، كروم	الثالثة
تترسب على هيئة كبريتيدات في الوسط القاعدي	كلوريد الأمونيوم، هيدروكسيد الأمونيوم و كبريتيد الهيدروجين (الترسيب في وسط قاعدى)	خارصين، منجنيز، نيكل، كوبلت	الرابعة
تترسب على هيئة كاربونات تذوب في الحوامض المعدنية	كلوريد الأمونيوم هيدروكسيد الأمونيوم وكاربونات الأمونيوم وكذلك كشف اللهب	كالسيوم، سترنشيوم، باريوم	الخامسة
لا تتكون رواسب ماعدا المغنيسيوم	ليس لها كاشف معين	أمونيوم، صوديوم، بوتاسيوم، مغنيسيوم	السادسة

### التجربة رقم (١): الكشف عن كاتيونات المجموعة الأولى +Ag+, Hg22+, Pb2

### ١. الخلفية النظرية:

تتميز أيونات هذه المجموعة بتكوينها كلوريدات غير ذائبة عند معاملة محاليلها مع حامض الهيدروكلوريك المخفف، و هذه الأيونات هي الفضة  $Ag^+$  الرصاص  $Pb^{2+}$ ، الزئبقوز  $Hg_2^{2+}$ .

معظم أملاح الرصاص لا تذوب في الماء ما عدا النترات و الخلات لكن جميع أملاح الرصاص تذوب في حامض النتريك المخفف ماعدا الكبريتات.

- ـ كاشف المجموعة: حمض الهيدروكلوريك المخفف HCl.
- ـ هيئة الترسيب (المجموعة الأولى + الكاشف): كلوريدات (لون أبيض): كلوريد الرصاص . PbCl<sub>2</sub> الفضة AgCl الزئبقوز . Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>
- ـ ميزات المجموعة (الكلوريدات): كل الكلوريدات تذوب في الماء فيما عدا كلوريدات Ag ميزات المجموعة (الكلوريدات): كل الكلوريدات Pb و Bi يصعب إذابتها في الماء. + Bi و Bi يصعب إذابتها في الماء.

### ٢. الآمان والسلامة:

- راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجربة:

ضع محلول العينة في أنبوبة اختبار و أضف محلول HCl المخفف .

- ١. إذا لم يتكون راسب قم بتجارب المجموعة التالية.
- ٢. إذا كان الأيون ينتمي إلى المجموعة الأولى يتكون راسب أبيض. تعرف على الكاتيون من الجدول (٦ ـ ١ ـ ١).

# الجدول (٦ ـ ١ - ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الأولى

In m. Att		( wet
الاستنتاج	المشاهدة	التجارب
		$\operatorname{Pb}^{2+}$ الرصاص
كاتيون المجموعة الأولى	را <i>سب <b>أبيض</b></i>	• محلول العينة + HCl
		$Pb^{2+} + 2Cl^{-} \rightarrow PbCl_{2} \downarrow$
		2 2 2
		• محلول العينة + NaOH
$Pb^{2+}$ احتمال و جود	راسب أبيض يذوب في زيادة من	$Pb^{2+} + 2(OH)^{-} \rightarrow Pb(OH)_2 \downarrow$
	الكاشف	$Pb(OH)_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2PbO_3 + 2H_2O$
Di 2+		● الراسب + ماء ساخن
وجود <sup>+</sup> Pb	يذوب الراسب	الراشب الماء شاخل
		التجارب التأكيدية
وجود <sup>+</sup> Pb <sup>2</sup>		• محلول العينة + كرومات البوتاسيوم K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>
وجود 10	راسب أصفر	$Pb^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow PbCrO_4 \downarrow$
		, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,
		H-SO - / 11 · + 7 · 11 •
وجود <sup>+</sup> Pb	را <i>سب <b>أبيض</b></i>	<ul> <li>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (يتيك H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> <li>Ph.2+ + SO<sub>2</sub> → Ph.SO<sub>4</sub></li> </ul>
3.3		$Pb^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow PbSO_4 \downarrow$
		$Ag^{^{+}}$ الفضية
كاتيون المجموعة الأولى	راسب <b>أبيض</b> يصبح بنفسجي	• محلول العينة + HCl
	عندما يتعرض لضوء الشمس	$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$
A + 41 (		• محلول العينة + NaOH
احتمال وجود <sup>+</sup> Ag	را <i>سب <b>بني</b></i>	$2AgNO_3 + 2NaOH \rightarrow Ag_2O\downarrow + 2NaNO_3 + H_2O$
		21181103 - 21111011 - 711820 - 21111103 - 1120
		" Smith 1 mith
وجود <sup>+</sup> Ag	را <i>سب <b>بني أحمر</b></i>	التجارب التأكيدية
1.6	راسب بني احبر	• محلول العينة + كرومات البوتاسيوم KCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
		$2Ag^{+} + CrO_{4}^{2-} \rightarrow Ag_{2}CrO_{4} \downarrow$
$Ag^{^{+}}$ وجود	راسب أصفر	• محلول العينة + يوديد البوتاسيوم KI
		$Ag^{+} + I^{-} \rightarrow AgI \downarrow$
		<i>G</i> , <del>-</del>

#### الكشف عن الشقوق القاعدية أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

# الجدول (٦ ـ ١ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الأولى (تابع)

		الزئبقوز <sup>+2</sup> Hg <sub>2</sub>
كاتيون المجموعة الأولى	را <i>سب</i> <b>أبيض</b>	$HCl + Acl$ محلول العينة $HCl + Hg_2^{2+} + 2Cl \rightarrow Hg_2Cl_2 $
احتمال وجود <sup>2+</sup> Hg <sub>2</sub>	راسىب <b>أسود</b>	NaOH محلول العينة + هيدروكسيد الصوديوم $+$ Hg <sub>2</sub> (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> + 2NaOH $\rightarrow$ Hg <sub>2</sub> O $\downarrow$ + 2NaNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O
		التجارب التأكيدية
Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> وجود	راسىب <b>أسود</b>	• محلول العينة + NH <sub>4</sub> OH Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> +2NH <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O→ NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> +[HgO.Hg(NH <sub>2</sub> )] <sup>+</sup> ↓+H <sub>2</sub> □
Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> وجود	راسب أصفر يتحول إلى رمادي قاتم	$Na_2CO_3$ محلول العينة + ڪريونات الصوديوم $Hg_2^{2+}+CO_3^{2-}  o Hg_2CO_3 \downarrow$

# التجربة رقم ( ۲ ): الكشف عن كاتيونات المجموعة الثانية "Sn²+, Sn⁴+ Sb³+, As³+, Cd²+, Bi³+, Cu²+, Hg²+ التجربة رقم ( ۲ ): الخلفية النظرية:

تتميز معادن هذه المجموعة بالإضافة إلى المجموعة الأولى بترسبها على هيئة كبريتيدات بواسطة غاز H2S من محاليلها الساخنة المحمضة بحامض HCl وبعبارة أخرى يمكن القول بأن كبريتيداتها لا تذوب في حمض الهيدروكلوريك المخفف، تتضمن هذه المجموعة الزئبق الثنائي (الزئبقيك)، البزموث، النحاس، الكادميوم و الزرنيخ، الأنتيمون والقصدير. تنقسم معادن المجموعة الثانية إلى مجموعتين فرعيتين، المجموعة الفرعية (١٢) أو مجموعة النحاس: تشمل الزئبق الثنائي، النحاس و الكادميوم، كبريتيدات هذه المعادن لا تذوب في كبريتيد الأمونيوم الأصفر. المجموعة الفرعية (٢ب) أو مجموعة الزرنيخ: تشمل الزرنيخ، الانتيمون والقصدير حيث أن كبريتيداتها تذوب في كبريتيد الأمونيوم الأصفر.

- . كاشف المجموعة: كبريتيد الهيدروجين H2S + حمض الهيدروكلوريك المخفف HCl.
- هيئة الترسيب: كبريتيدات ذات ألوان مختلفة: كبريتيد الزئبقيك (أسود) HgS، كبريتيد النحاس (أسود) CuS، كبريتيد البزموث (بني)  $Bi_2S_3$ ، كبريتيد الكادميوم (أصفر) CuS، كبريتيد الأنتمون (برتقالي)  $Sb_2S_3$ ، كبريتيد القصديروز  $Sh_2S_3$ .
- ـ ميزات المجموعة (الكبريتيدات): لا تذوب في الماء فيما عدا كبريتيدات Na و K و NH4 و Ca و Ga و Sr و Ba و Sr

### ٢. الآمان والسلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزى المعملى: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجرية:

ضع محلول العينة في أنبوبة الاختبار و أضف HCl المخفف ثم أضف الثيوأستاميد المشبع ثم سخن المحلول (تدفئة) في حمام مائى.

- ١. إذا لم يتكون راسب أهمل المحلول و قم بتجارب المجموعة التالية.
- ٢. إذا ظهر راسب تعرف على المجموعة التي ينتمي إليها (الثانية "أ" أو الثانية "ب") بالطريقة
   التالية:اسكب جزء من الراسب و اختبر ذوبانيته في كبريتيد الأمونيوم الأصفر الساخن

اً الجدول  $^{-1}$  -  $^{-1}$  (تعرف عليه من الجدول  $^{-1}$  -  $^{-1}$  ): إذ لم يذب الراسب فإن الكاتيون من المجموعة  $^{-1}$  ( $^{-1}$ و إذا ذاب فهو من المجموعة "٢ب" (تعرف عليه من الجدول (٦ - ٢ - ٢).

الجدول (٦ - ٢ - ١): جدول الكشف عن المجموعة الثانية "٢أ"

الاستتتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
احتمال وجود Hg <sup>2+</sup> أو Cu <sup>2+</sup>	راسب <b>أسود</b> لا يذوب في HNO <sub>3</sub> المركز و لا يذوب في كبريتيد الأمونيوم الأصفر NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> 8)	$Cu^{2+}$ النحاس $+$ HCl + محلول العينة $+$ HCl + ثيوأستاميد $+$ Cu $+$ Cu $+$ S $+$ CuS $+$
وجود <sup>+2</sup> Cu	راسب أزرق لا يذوب في زيادة من الكاشف و يتحول لون الراسب إلى أسود بالتسخين	NaOH + محلول العينة $v$ رCu <sup>2+</sup> + 2(OH) $v$ $\rightarrow$ Cu(OH) Cu(OH) <sub>2</sub> $\downarrow$ + 2NaOH $\rightarrow$ Na <sub>2</sub> CuO <sub>3</sub> + 2H <sub>2</sub> O
		التجارب التأكيدية
وجود <sup>2+</sup> Cu	راسب أزرق أو محلول أزرق راسب بني	• محلول العينة + هيدروكسيد الأمونيوم • محلول العينة + يوديد البوتاسيوم KI • محلول العينة + يوديد البوتاسيوم $Cu_2SO_4 + 4KI \rightarrow Cu_2I_2 \downarrow + I_2 + 2K_2SO_4$

# الجدول (٦ ـ ٢ ـ ١): جدول الكشف عن المجموعة الثانية "٢أ" (تابع)

		الجدول (۱ ـ ۱ ـ ۱): جدول الك
الاستنتاج	الشاهدة	التجارب
		الزئبقيك Hg <sup>2+</sup>
	راسب أبيض يتحول إلى أسود لا يذوب	
$Hg^{2+}$ احتمال وجود	في HNO <sub>3</sub> المركز و لا يذوب في	• محلول العينة + HCl + ثيوأستاميد
Cu <sup>2+</sup> of	كبريتيد الأمونيوم الأصفر	$HgCl_2 + H_2S \rightarrow HgS \downarrow + 2HCl$
	(NH4) <sub>2</sub> S	
وجود Hg <sup>2+</sup>	راسب بني أحمر لا يذوب في زيادة من	• محلول العينة + NaOH
118 29-9	راسب بي احمر د يدوب پـ ريده من الكاشف	1,4011
	انگاشف	
2+		التجارب التأكيدية
وجود <sup>+</sup> Hg	راسب أحمر يذوب في زيادة من KI	• محلول العينة + يوديد البوتاسيوم KI (قطرة قطرة)
2.		$HgCl_2 + 2KI \rightarrow HgI_2 \downarrow + 2KCl$
وجود <sup>+2</sup> Hg	راسب <b>بنی أحمر</b>	• محلول العينة + كاربونات الصوديوم Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
		البزموث <sup>+3</sup>
كاتيون المجموعة	راسب بني يذوب في حمض النتريك	
الثانية "أ"	المخفف و لا يذوب في كبريتيد	• محلول العينة + HCl + ثيوأستاميد
	الأمونيوم الأصفر NH4) <sub>2</sub> S)	$2Bi^{2+} + 3S^{2-} \rightarrow Bi_2S_3 \downarrow$
		التجارب التأكيدية
وجود +Bi3	راسب أبيض	• محلول العينة + هيدروكسيد الأمونيوم NH4OH
3.3	<b>5</b> 3	. 13.3 . 33 33
وجود +Bi3	را <i>سىب <b>أسود</b></i>	<ul> <li>محلول العينة + يوديد البوتاسيوم KI (قطرة قطرة)</li> </ul>
	ر استب ا <b>سود</b>	_
		$\operatorname{Cd}^{2+}$ ڪادميوم
7. 11. 11	····t(HCl'a · · · f ·	, (* ; * . UCl. ; * t( ) (
كاتيون المجموعة	راسب أصفر يذوب في HCl المخفف	• محلول العينة + HCl + ثيوأستاميد $Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow CdS \downarrow$
الثانية "أ"	و لا يذوب في كبريتيد الأمونيوم	Cu + S → CuS↓
	$(NH4)_2$ الأصفر $(NH4)_2$	<u>.</u>
~ -2+		التجارب التأكيدية
وجود <sup>+2</sup> Cd	راسب أبيض لا يذوب في زيادة من	• محلول العينة + NaOH
	الكاشف NaOH	$Cd^{2+} + 2(OH)^{-} \rightarrow Cd(OH)_{2} \downarrow$
_		
وجود Cd <sup>2</sup>	راسب <b>أبيض</b>	<ul> <li>محلول العينة + هيدروكسيد الأمونيوم</li> </ul>

# الجدول (٦ ـ ٢ ـ ٢): جدول الكشف عن المجموعة الثانية "٢ب"

	= سف عن المجموعة الثانية اب	
الاستتتاج	المشاهدة	التجارب
		$\mathrm{Sn}^{2+}$ القصديروز
احتمال وجود	راس <i>ب بني</i> يذوب في HCl المركز و	• محلول العينة + HCl + ثيوأستاميد
Sn <sup>2+</sup>	يَّ كبريتيد الأمونيوم الأصفر	$Sn^{2+} + S^{2-} \rightarrow SnS \downarrow$
	·	
وجود <sup>+</sup> Sn	راسب <b>أبيض</b> يتحول إلى رمادي	التجارب التأكيدية
	(خصوصا بالتدفئة) في زيادة من	• محلول العينة + كلوريد الزئبقيك HgCl₂
	$\mathrm{Sn}^{2+}$ محلول	
وجود <sup>2+</sup>	راسب <b>أبيض</b> يذوب <u>ه</u> زيادة من	• محلول العينة +NaOH
	الكاشف	
		القصديريك <sup>4+</sup>
$\mathrm{Sn}^{4+}$ احتمال وجود	راسب <b>أصفر</b> يذوب في HCl المركز	• محلول العينة + HCl + ثيوأستاميد
	و <u>ه</u> ٰ كبريتيد الأمونيوم <b>الأصفر</b> أو	$SnCl_4 + 2H_2S \rightarrow SnS_2 \downarrow + 4HCl$
	العادي	
	<u> </u>	التجارب التأكيدية
وجود <sup>++</sup> Sn	لا يتكون راسب	• محلول العينة + كلوريد الزئبقيك HgCl <sub>2</sub>
وجود <sup>++</sup> Sn	راسب أبيض جيلاتيني يذوب في زيادة	• محلول العينة + NaOH
	من الكاشف	$SnCl_4 + 4NaOH \rightarrow Sn(OH)_4 \downarrow + 4NaCl$
		$Sn(OH)_4 + 2NaOH \rightarrow 3H_2O + Na_2SnO_3$
		$\mathrm{Sb}^{3+}$ الأنتيمون
احتمال و جود	راسب أحمر برتقالي يذوب في HCl	• محلول العينة + HCl + ثيوأستاميد
Sb <sup>3+</sup>	المركز بالتسخين	$2\mathrm{Sb}^{2+} + 3\mathrm{S}^{2-} \longrightarrow \mathrm{Sb}_2\mathrm{S}_3 \downarrow$
		التجارب التأكيدية
وجود <sup>3+</sup> Sb	راسب <b>أصفر</b>	<ul> <li>محلول العينة + محلول يوديد البوتاسيوم KI</li> </ul>
	راسب <b>أبيض</b> يذوب <u>ف</u> محلول	• محلول العينة + NaOH
وجود <sup>+3</sup> Sb	هيدروكسيد الصوديوم المركز	$4SbCl_3 + 12NaOH \rightarrow Sb_4O_6 \downarrow + 12NaCl + 6H_2O$

# التجربة رقم (٣): الكشف عن كاتيونات المجموعة الثالثة +Al3+, Cr3+, Fe2+, Fe3

### ١. الخلفية النظرية:

تشتمل هذه المجموعة على المعادن التي تترسب على هيئة هيدروكسيدات عند معاملة محاليلها مع NH4Cl مخلوط NH4Cl هذه المعادن هي الألمنيوم الكروم والحديد، كاشف المجموعة هو NH4Cl + NH4Cl .

كاشف المجموعة: كلوريد الأمونيوم NH4Cl + هيدروكسيد الأمونيوم NH4OH.

هيئة الترسيب: هيدروكسيدات ذات ألوان مختلفة: هيدروكسيد الكروم (أخضر) 4Cr(OH)3 (كضر) و Cr(OH)3؛ هيدروكسيد هيدروكسيد الألمنيوم (أبيض) 4l(OH)3؛ هيدروكسيد الحديديك (بنى) 4l(OH)3.

ميزات المجموعة (الهيدروكسيدات): لا تنذوب في المناء فيمنا عندا مركبنات Na و K - أمنا هيدروكسيدات Sa و Ra فهي قليلة الذوبان في الماء.

### ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجربة:

- ا. أضف إلى محلول العينة محلول كلوريد الأمونيوم ثم ٣ مل من محلول هيدروكسيد الأمونيوم
   حتى يصبح المحلول قاعديا.
- ۲. إذا لم يتكون راسب أهمل المحلول و انتقل إلى المجموعة التالية أما إذا تكون راسب تعرف على
   الكاتيون من الجدول (٦ ـ ٣ ـ ١).

# الجدول (٦ ـ ٣ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الثالثة

الاستنتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
		$\mathrm{Fe}^{2+}$ الحديدوز
$Fe^{2+}$ احتمال وجود	راسب أخضر يذوب في الأحماض و لا	• محلول العينة + NH <sub>4</sub> Cl + ٣ مل من NH <sub>4</sub> OH
	يذوب في NaOH	$Fe^{2+} + 2(OH)^{-} \rightarrow Fe(OH)_{2} \downarrow$
$Fe^{2+}$ احتمال وجود	را <i>سب <b>أخضر</b></i>	• محلول العينة + ٣ مل من NaOH
		$Fe^{2+} + 2(OH)^{-} \rightarrow Fe(OH)_{2} \downarrow$
		التجارب التأكيدية
		• محلول العينة + K <sub>4</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>
وجود <sup>+2</sup> Fe	راسب ذو لون <b>أبيض مزرق</b> (أزرق	$2Fe^{2+} + [Fe(CN)6]^{4-} \rightarrow Fe_2[Fe(CN)6] \downarrow$
	باهت)	
وجود <sup>+</sup> Fe	يزول لون المحلول	$KMnO_4 + H_2SO_4 + a$
		الحديديك Fe <sup>3+</sup>
احتمال وجود <sup>+Fe</sup> 3	راسب بني أحمر يذوب في الأحماض	<ul> <li>■ محلول العينة + NH<sub>4</sub>Cl + ۳ مل NH<sub>4</sub>OH</li> </ul>
	و لا يذوب في NaOH	$Fe^{3+} + 3(OH)^{-} \rightarrow Fe(OH)_{3} \downarrow$
احتمال وجود Fe <sup>3+</sup>	راسب بني جلاتيني لا يذوب في زيادة	• محلول العينة + ٤ مل من NaOH
	من الكاشف	$Fe^{3+} + 3(OH)^{-} \rightarrow Fe(OH)_{3} \downarrow$
		التجارب التأكيدية
وجود <sup>+4</sup> Fe	راسب <b>أزرق</b> غامق يذوب <u>ف</u> زيادة من	<ul> <li>محلول العينة +١مل من حديدو سيانيد البوتاسيوم</li> </ul>
وجود ١٠	$K_4$ Fe(CN) <sub>6</sub>	K <sub>4</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>
وجود <sup>3+</sup> Fe	nin \$ /	
وجود	راسىب <b>أحمر</b> قاتم	• محلول العينة + ثيوسيانات الأمونيوم NH <sub>4</sub> SCN

# الجدول (٦ ـ ٣ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الثالثة (تابع)

الاستنتاج	المشاهدة	التجارب
		ألمنيوم <sup>4</sup> Al
		, i
احتمال وجود <sup>3+</sup> Al	راسب <b>أبيض</b> جلاتيني يذوب <u>ف</u>	• محلول العينة + NH <sub>4</sub> Cl + ٣ مل من NH <sub>4</sub> OH
	الأحماض و NaOH	$Al^{3+} + 3(OH)^{-} \rightarrow Al(OH)_{3} \downarrow$
احتمال وجود "Al	راسب أبيض جلاتيني يذو ب في زيادة	• محلول العينة + NaOH
	من NaOH	$Al^{3+} + 3(OH)^{-} \rightarrow Al(OH)_{3} \downarrow$
		*
A 1 <sup>3+</sup>	'A '	<u>التجارب التأكيدية</u>
وجود <sup>4-</sup> Al	راسب <b>أبيض جيلاتيني</b> يذوب <u>ق</u> الأمانيات هندارين	• محلول العينة + امل من فوسفات الصوديوم المارية : Na.HPO
	الأحماض المعدنية، في زيادة من	$Na_2HPO_4$ الحامضية $Al^{3+} + PO_4^{3-} \rightarrow AlPO_4 \downarrow$
	الكاشف و لا يذوب في حامض الخليك	Al +104 -7 All 04V
	العليك	
وجود <sup>4-</sup> Al	راسىب <b>أبيض</b> يذوب <u>ف</u> ے زيادة من	• محلول العينة + كربونات الصوديوم Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
	الكاشف	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,
		Cr <sup>3+</sup> كروم
	راسىب <b>أخضر</b> رمادي من	
احتمال وجود <sup>+</sup> Cr	هيدروكسيد الكروم يذوب في	• محلول العينة + NH <sub>4</sub> Cl + ٣ مل من NH <sub>4</sub> OH
	الأحماض المعدنية و NaOH	$\operatorname{Cr}^{3+} + 3(\operatorname{OH})^{-} \to \operatorname{Cr}(\operatorname{OH})_{3} \downarrow$
G 3+		N. O.Y.
وجود <sup>3+</sup> Cr	راسب أخضر رمادي يذوب في زيادة	• محلول العينة + NaOH
	من الكاشف	$\operatorname{Cr}^{3+} + 3(\operatorname{OH})^{-} \to \operatorname{Cr}(\operatorname{OH})_{3} \downarrow$
		التحارب التأكيدية
وجود <sup>3+</sup>	را <i>سب <b>أخض</b>ر</i>	• محلول العينة + فوسفات الصوديوم الحامضية
1 29.9	<b></b> ;	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>
		$\operatorname{Cr}^{3+} + \operatorname{PO_4}^{3-} \to \operatorname{AlPO_4} \downarrow$
وجود <sup>3+</sup> Cr	را <i>سب</i> <b>أخضر</b>	<ul> <li>• محلول العينة + كربونات الصوديوم Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></li> </ul>

# التجربة رقم (٤): الكشف عن كاتيونات المجموعة الرابعة +Ni2+, Co2+, Mn2+, Zn2

### ١. الخلفية النظرية:

تشتمل هذه المجموعة على الزنك، المنجنيز، الكوبالت والنيكل. تترسب هذه الأيونات على هيئة كبريتيدات في وسط قاعدى كاشف هذه المجموعة هو: NH4Cl + NH4OH + (NH4)2 S.

- ـ كاشف المجموعة: كبريتيد الهيدروجين H<sub>2</sub>S أو كبريتيد الأمونيوم (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S) + هيدروكسيد الأمونيوم NH<sub>4</sub>Cl + كلوريد الأمونيوم NH<sub>4</sub>Cl.
- ـ هيئة الترسيب: كبريتيدات ذات ألوان مختلفة: كبريتيد الخارصين (أبيض) ZnS، كبريتيد المنجنيز (وردي) MnS، كبريتيد النيكل (أسود) NiS، كبريتيد الكوبلت (أسود) CoS.
- ـ ميزات المجموعة (الكبريتيدات): لا تذوب في الماء فيما عدا كبريتيدات Na و K و NH4 و Ca و Sr و Ba و Sr

### ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجربة:

أضف إلى محلول العينة كلوريد الأمونيوم NH<sub>4</sub>Cl، ثم أضف هيدروكسيد الأمونيوم (OH) ثم أضف محلول من ثيوأستاميد Thyoacetamide و أخيرا سخن.

- ١. إذ لم يتكون راسب أهمل المحلول و انتقل إلى المجموعة التالية.
- ٢. إذا تكون راسب تعرف على الكاتيون من الجدول (٦ ـ ٤ ـ ١).

# الجدول (٦ ـ ٤ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الرابعة

الاستنتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
احتمال وجود Zn <sup>2+</sup>	راسب أبيض يذوب في الأحماض المعدنية و لا يذوب في حمض الخليك المركز	$Zn^{2+}$ الخارصين $Zn^{2+}$ الخارصين $NH_4Cl + NH_4Cl + NH_4Cl + NH_4Cl$ محلول العينة $Zn^{2+} + S^{2-} \rightarrow ZnS \downarrow$
Zn <sup>2+</sup> وجود وجود <sup>2+</sup> Zn <sup>2</sup>	راسب أبيض جيلاتيني يذوب في زيادة من الكاشف NaOH راسب أبيض جيلاتيني يذوب في زيادة من الكاشف NH4OH.	التجارب التأكيدية • محلول العينة + NaOH • محلول العينة + NH4OH • محلول العينة + Mn <sup>2+</sup>
احتمال وجود +Mn <sup>2</sup>	راسب أبيض وردي يشبه لون لحم الدجاج يذوب في حمض الخليك و الأحماض المعدنية	محلول العينة + $NH_4OH + NH_4Cl$ + ثييوأسيتاميد $Mn^{2+} + S^{2-} \rightarrow MnS$
وجود <sup>+4</sup> Mn	راسب أبيض يتحول إلى بني عند تعرضه للهواء	التجارب التأكيدية NaOH + محلول العينة  MnCl <sub>2</sub> + 2NaOH $\rightarrow$ Mn(OH) <sub>2</sub> $\downarrow$ + 2NaCl 2Mn(OH) <sub>2</sub> + O <sub>2</sub> $\rightarrow$ 2MnO(OH) <sub>2</sub> $\downarrow$
وجود <sup>2+</sup> Mn	راسب أسود يتحول إلى بني عند تعرضه للهواء	• محلول العينة + NH₄OH

 التخصص
 التخصص
 الوحدة السادسة

 تقنية مختبرات كيميائية
 أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)
 الكشف عن الشقوق القاعِدية

الكشف عن الشقوق القاعدية

# الجدول (٦ ـ ٤ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الرابعة (تابع)

الاستنتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
		الكوبلت <sup>+Co</sup>
احتمال وجود	راسب <b>أسود</b> يذوب <u>ف</u> الأحماض	• محلول العينة + NH4OH + NH4Cl + ثييوأسيتاميد
		$Co^{2+} + S^{2-} \rightarrow CoS \downarrow$
-Co <sup>2+</sup> أو Ni	المعدنية و لا يذوب في حمض الخليك	$CO + S \rightarrow COS \downarrow$
	المركز	
		التجارب التأكيدية
وجود <sup>2+</sup> Co	راسب أ <b>زرق</b> يتحول معظمه إلى محلول	• محلول العينة + NaOH •
3.3	وردی	$Co(NO_3)_2 + NaOH \rightarrow Co(OH)NO_3 \downarrow + NaNO_3$
	ور-ي	
$C_{2}^{2+}$	·· • • • •	
وجود <sup>2+</sup> Co	را <i>سب</i> <b>أزرق</b>	• محلول العينة + هيدروكسيد الأمونيوم
		Ni <sup>2+</sup> النيكل
احتمال وجود	راسب <b>أسود</b> يذوب <u>في</u> الأحماض	• محلول العينة + NH <sub>4</sub> OH + NH <sub>4</sub> Cl + ثييوأسيتاميد
-Co <sup>2+</sup> أو Co <sup>2+</sup>	المعدنية و لا يذوب في حمض الخليك	$Ni^{2+} + S^{2-} \rightarrow NiS \downarrow$
	المركز	
	3	
		To a Calimita or Lamita
<b>&gt;</b> 1·2+		<u>التجارب التأكيدية</u> محمد مصرية المحارب التأكيدية المحارب المحارب المحارب المحارب التأكيدية المحارب
وجود <sup>+2</sup> Ni	راسب <b>أخضر</b> لا يذوب في زيادة من	• محلول العينة + NaOH
	الكاشف	$Ni (NO_3)_2 + NaOH \rightarrow Ni(OH)NO_3 \downarrow + NaNO_3$
وجود <sup>+2</sup> Ni	راسب <b>أخضر</b> يذوب <u>ف</u> زيادة من	• محلول العينة + NH <sub>4</sub> OH
	NH4OH و في حالة وجود أملاح	$NiCl_2 + NH_4OH \rightarrow Ni(OH)Cl + NH_4Cl$
	* NH <sub>4</sub> يتكون محلول <b>أزرق</b>	$Ni(OH)Cl\downarrow + 7NH_4OH \rightarrow NH_4Cl +$
		$Ni(NH_3)_6(OH)_2 + 6H_2O$
		111(11113)0(011)2 · 01120
NT:2+	ş.	*DMC
وجود <sup>2+</sup> Ni	را <i>سب <b>أحمر</b></i>	• محلول العينة + DMG*
		$NiCl_2 + 2HDMG \rightarrow Ni(DMG)_2 \downarrow + 2HCl$

• DMG = ثنائي مثيل جليوكزيم Dimethyl glyoxime

# التجربة رقم (٥): الكشف عن كاتيونات المجموعة الخامسة +Ba2+, Sr2+, Ca2

### ١. الخلفية النظرية:

تشتمل هذه المجموعة على المعادن الثلاثة القلوية الأرضية: الكالسيوم، السترونشيوم و الباريوم. كاشف المجموعة هو كربونات الأمونيوم الذي يرسّب كاربونات هذه المعادن في المحلول الامونياكي حتى في وحود NH4Cl.

- ـ كاشف المجموعة: كلوريد الأمونيوم NH<sub>4</sub>Cl + هيدروكسيد الأمونيوم (NH<sub>4</sub>(OH) + كاربونات الأمونيوم (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.
- ـ هيئة الترسيب: كاربونات (لون أبيض): كاربونات الكالسيوم CaCO<sub>3</sub>، كاربونات الباريوم SrCO<sub>3</sub>، كاربونات الباريوم SrCO<sub>3</sub>.
  - ـ ميزات المجموعة (الكربونات): لا تذوب في الماء فيما عدا كربونات Na و NH4 و NH4.

### ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجرية:

ضع محلول العينة في أنبوبة اختبار، أضف كلوريد الأمونيوم NH<sub>4</sub>Cl ، ثم أضف هيدروكسيد الأمونيوم NH<sub>4</sub>OH حتى يصبح المحلول قاعديا، و أخيرا أضف امل من كاربونات الأمونيوم NH<sub>4</sub>OH).

- ١. إذ لم يتكون راسب أهمل المحلول و انتقل إلى المجموعة التالية.
- ٢. إذا تكون راسب تعرف على الكاتيون من الجدول (٦ ـ ٥ ـ ١).

# الجدول (٦ ـ ٥ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الخامسة

		المجالية الم
الاستنتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
		الكالسيوم <sup>2+</sup>
كاتيون المجموعة	راسب أبيض يذوب في حمض الخليك	• محلول العينة + NH4OH + NH4Cl +
الخامسة	و الأحماض المعدنية	$(NH_4)_2CO_3$ $Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3 \downarrow$
$Ca^{2+}$ lerical ler	لا يتكون راسب	• محلول العينة + كبريتات الكالسيوم CaSO <sub>4</sub>
		'
		التجارب التأكيدية
وجود <sup>2+</sup> Ca	لا يتكون راسب	• محلول العينة + كرومات البوتاسيوم K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>
21		* اختبار اللهب
وجود <sup>2+</sup> Ca	لون <b>أحمر طوبي</b>	• غمس طرف سلك من البلاتين في محلول الملح في لهب
		موقد بنزن Bunsen
		$\mathrm{Sr}^{2+}$ السترونشيوم
كاتيون المجموعة	راسب أبيض يذوب في الأحماض	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + NH <sub>4</sub> OH + NH <sub>4</sub> Cl + محلول العينة
الخامسة	المعدنية المخففة	$Sr^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow SrCO_r \downarrow$
احتمال وجود <sup>+2</sup> Sr	يتكون تدريجيا في زيادة من	• محلول العينة + كبريتات الكالسيوم CaSO <sub>4</sub>
	الكاشف راسب أبيض خفيف	$Sr^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow SrSO_4 \downarrow$
	تزداد كميته بعد التسخين (الغليان)	
2.		التجارب التأكيدية
وجود <sup>+2</sup> Sr	راسب أصفر بعد التسخين يذوب في	محلول العينة + كرومات البوتاسيوم K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>
	الأحماض المخففة ونسبيا في حمض	$Sr^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow SrCrO_4 \downarrow$
~ 2+	الخليك	💠 اختبار اللهب
وجود <sup>2+</sup> Sr	لون أحمر قرمزي	• غمس طرف سلك من البلاتين في محلول الملح و ضعه
		فوق لهب موقد بنزن Bunsen

# الجدول (٦ ـ ٥ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة الخامسة (تابع)

كاتيون المجموعة الخامسة احتمال وجود Ba <sup>2+</sup>	راسب أبيض يذوب في الأحماض المعدنية المخففة راسب أبيض كثيف (فورا)	$Ba^{2+}$ الباريوم $Ba^{2+}$ (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + NH <sub>4</sub> OH + NH <sub>4</sub> Cl + محلول العينة $Ba^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow BaCO_3 \downarrow$ $CaSO_4$ محلول العينة + ڪبريتات الڪالسيوم $Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4 \downarrow$
Ba <sup>2y</sup> وجود	راسب أصفر كثيف يذوب في الأحماض المخففة ولا يذوب في حمض	$K_2CrO_4$ التجارب التأكيدية $\bullet$ محلول العينة $+$ ڪرومات البوتاسيوم $\bullet$ Ba $^{2+}$ + CrO $_4$ $^{2-}$ $\to$ BaCrO $_4$ $\downarrow$
Ba <sup>2+</sup> وجود	الخليك. لون <b>أخضر تفاحي</b>	<ul> <li>خ اختبار اللهب</li> <li>غمس طرف سلك من البلاتين في محلول الملح و ضعه في موقد بنزن Bunsen</li> </ul>

# NH4+, K+, Na+, Mg2+التجربة رقم (٦): الكشف عن المجموعة السادسة

### ١. الخلفية النظرية:

تتصف هذه المجموعة بعدم ترسب معادنها بواسطة أي من كواشف المجموعات السابقة و ليس هناك كاشف مشترك لهذه المجموعة. هذه المعادن هي: المغنسيوم، الصوديوم، البوتاسيوم، و الأمونيوم، ليس لهذه الكاتيونات كاشف معين بل إن كل كاتيون يتم اختباره بصورة منفصلة.

#### ٢. الآمان و السلامة:

- ١. راجع القواعد العامة للسلامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

#### ٣. خطوات التجرية:

خطوات الكشف عن كاتيونات هذه المجموعة موضحة في الجدول (٦ ـ ٦ ـ ١).

الجدول (٦ ـ ٦ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة السادسة

الاستنتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
		الأمونيا <sup>+</sup> NH <sub>4</sub>
وجود أيون الأمونيا	يتصاعد غاز الأمونيا الذي يعرف من	<ul> <li>• محلول العينة + هيدروكسيد الصوديوم NaOH +</li> </ul>
$\mathrm{NH_4}^+$	رائحته المميزة أو بتكونه لسحب	تسخين
	بيضاء عند تعرضه لساق مبللة	$NH_4Cl + NaOH \rightarrow NH_3 \uparrow + NaCl + H_2O$
	بحمض HCl	
وجود أيون الأمونيا		• أضف بعض قطرات من محلول نسلر (HgCl <sub>2</sub> +KI)
$\mathrm{NH_4}^+$	راسب بني أو <b>أصفر</b> حسب تركيز	Nessler's Reagent إلى محلول العينة
	الأمونيا	
وجود أيون الأمونيا		<ul> <li>محلول العينة + محلول كوبلتي نتريت الصوديوم</li> </ul>
$\mathrm{NH_4}^+$	يتكون راسب <b>أصفر</b> من كوبلتي	$Na_3Co(NO_2)_6$
	نتريت الأمونيوم	

# الجدول (٦ ـ ٦ ـ ١): جدول الكشف عن كاتيونات المجموعة السادسة (تابع)

الاستنتاج	المشاهدة	الكشف عن الكاتيونات
		$Mg^{2^+}$ المفنيسيوم
	يتكون راسب <b>أبيض</b> من	, in the second
وجود <sup>+2</sup> Mg	هيدروكسيد المغنيسيوم لا يذوب في	• العينة + هيدروكسيد الصوديوم NaOH
	زيادة من محلول الكاشف و لكن	$MgCl_2 + 2NaOH \rightarrow Mg(OH)_2 \downarrow + 2NaCl$
	يذوب في محلول كلوريد الأمونيوم	
	NH <sub>4</sub> Cl	
وجود <sup>+2</sup> Mg	راسب <b>أبيض</b> من كاربونات	● العينة + كربونات الصوديوم Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
	المغنيسيوم	$Mg^{2+} + CO_3^2 - \rightarrow MgCO_3 \downarrow$
		$\mathrm{Na}^+$ الصوديوم
$Na^+$ وجود	لا يتكون راسب	● العينة + كبلتي نتريت الصوديوم Na <sub>3</sub> Co(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub>
		∻ اختبار اللهب
$Na^+$ وجود	لون <b>أصفر</b> ذهبي	• غمس طرف سلك من البلاتين في محلول العينة و
		ضعه في لهب موقد بنزن Bunsen
		${f K}^{^+}$ البوتاسيوم
	يتكون راسب <b>أصفر ه</b> و كوبلتي	
وجود <sup>+</sup> K	نتريت البوتاسيوم لا يذوب في حمض	● العينة + كبلتي نتريت الصوديوم Na <sub>3</sub> Co(NO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub>
	الخليك المخفف CH3COOH	$Na_3Co(NO_2)_6 + 3KCl \rightarrow K_3Co(NO_2)_6 \downarrow + 3NaCl$
وجود <sup>+</sup> K	راسب <b>أبيض</b>	● العينة + حمض البيروكلوريك HClO₄
		$K^+ + ClO_4^- \rightarrow KClO_4$
		∻ اختبار اللهب
وجود <sup>+</sup> K	لون بنفسجي	• غمس طرف سلك من البلاتين في محلول العينة و
		ضعه في لهب موقد بنزن Bunsen

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

ا. بالاستعانة بالتحليل غير العضوي كيف يمكنك التميز بين محلولي نترات الرصاص و نترات النيكل ؟
 ٢. أكمل الجدول التالي:

المركب	الذويانية
البيكربونات	
الكبريتات	
النتريتات	
النترات	
الكلورات	

- ٣. اشرح طريقة إجراء الاختبار الجاف.
- ٤. أكتب الصيغة الكيميائية لكلوريد الزئبقوز و كلوريد الزئبقيك.

#### تقنية مختبرات كيميائية

# إجابة الامتحان الذاتي

Pb<sup>2+</sup> + HCl (dil.) .۱. راسب أبيض

Ni<sup>2+</sup> + HCl (dil.) لا يتكون راسب

أو بالطريقة التالية :

Pb<sup>2+</sup> + NaOH (dil.) راسب أبيض

Ni<sup>2+</sup> + NaOH (dil.) راسب أخضر

راسب أحمر غامق Ni<sup>2+</sup> + DMG

١

كب الذوبانية	الذوبانية
كربونات كلها تذوب في الماء	كلها تذوب في الماء
$ ho^{2+}$ و $ ho^{2+}$	ڪلها تذوب في الماء فيما عدا ڪبريتات $Ba^{2+}$ و $Sr^{2+}$ أما ڪبريتات $Pb^{2+}$ و $Ca^{2+}$ فهي قليلة الذوبان في الماء
ريتات كلها تذوب في الماء فيما عدا نتريت Ag -	كلها تذوب في الماء فيما عدا نتريت <sup>+</sup> Ag
رات كلها تذوب في الماء	كلها تذوب في الماء
كلورات كلها تذوب في الماء	كلها تذوب في الماء

- ٣. يجرى الاختبار الجاف على المادة الصلبة مثل إحراقها على موقد بنزن Bunsen burner أو بغمس طرف من البلاتين في محلول العينة و وضعه في اللهب حيث ينتج إشعاع ذو لون معين للعنصر المراد كشفه.
  - ٤. كلوريد الزئبقوز: Hg2Cl<sub>2</sub> ، كلوريد الزئبقيك: 4.

# أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

الكشف على الشقوق الحامضية (الآنيونات)

أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي) الكشف عن الشقوق الحامضية

تقنية مختبرات كيميائية

### الجدارة:

أن يكون الطالب قادراً على الكشف عن آنيونات الأملاح البسيطة.

#### الأهداف:

بعد الانتهاء من هذه الوحدة يكون الطالب قادر على:

- 1. تنفيذ التجارب الخاصة بالكشف على آنيونات المجموعة (أـ١)، أـ٢) و (ب).
  - ٢. التوصل لاستنتاج آنيونات المجموعة (أ.١)، (أ.٢) و (ب).

# الوقت المتوقع:

٤ ساعات.

### متطلبات الجدارة:

- ١. مقرر نظم وتقنيات مختبرية.
- ٢. مقرر الأمان والسلامة في المختبرات الكيميائية.
  - ٣. مقرر الكيمياء العامة.

# الكشف على الشقوق الحامضية (الأنيونات)

#### ١. مقدمة:

تقسم الشقوق الحامضية (الآنيونات) الشائعة إلى مجموعتين: المجموعة "أ" و المجموعة "ب" (الجدول ٧ ـ ١) حسب تفاعلاتها مع الأحماض المعدنية المخففة أو المركزة أو كواشف أخرى. و تنقسم المجموعة "أ" إلى مجموعتين: "مجموعة حمض الهيدروكلوريك" و "مجموعة حمض الكبريتيك" كما تنقسم المجموعة "ب" إلى مجموعتين كذلك: "مجموعة الترسيب" و "مجموعة الأكسدة و الاختزال".

الجدول (٧ - ١): توزيع الشقوق الحامضية (الآنيونات)

المشاهدة	استفوق الحامصية (14 يو		المجموعة
8381441	كاللف المجموعة		المجموعه
		مجموعة حمض الهيدروكلوريك (أ ـ ١)	
تصاعد غازات مختلفة اللون و	حمـض الهيـدروكلوريك	الكربونات <sup>-2</sup> ، CO <sub>3</sub> البيكربونات -HCO <sub>3</sub>	
الرائحة	HCl المخفف أو حامض	، الكبريتيتات <sup>-SO</sup> 3 <sup>2</sup> ، الثيوكبريتات	
	الكبريتيك المخفف	$^{-2}$ الكبريتيدات $^{-2}$ ، النتريت $^{-2}$ 0، النتريت $^{-2}$	
		الهيبوكلورات <sup>-</sup> HClO ، السيانيدات <sup>-</sup> CN و	
		السيانات -CNO	المجموعة
			" <b>;</b> "
تصاعد غازات مختلفة اللون و	حمــض الكبريتيـــك	مجموعة حمض الكبريتيك (أ ـ ٢)	
الرائحة	المركز H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	الكلوريــدات <sup>-</sup> Cl ، البروميــدات <sup>-</sup> Br ،	
		اليوديــــدات $^{-1}$ ، الـــنترات $^{-2}$ NO،	
		الكلــورات -ClO <sub>3</sub> ، البيروكلــورات،	
		البرومات <sup>-</sup> Br، الثيوسيانات	
		مجموعة الترسيب (ب – ١)	
		الكبريتات، الفوسفات، الفوسفيت،	
لا تتفاعل هذه المجموعة مع كل		الزرنيخات، الزرنيخيت، البورات.	7 11
من حامضي الهيدروكلوريك	ليس لها كاشف معين		المجموعة " "
المخفف و الكبريتيك المركز		مجموعة الأكسدة و الاختزال (ب - ٢)	"ب"
		المنجنات، البرمنجنات، الكرومات،	
		البيكرومات	

تقنية مختبرات كيميائية

### التجربة رقم (١): الكشف على آنيونات المجموعة الفرعية (أ.١)

#### ١. الخلفية النظرية:

يطلق على آنيونات هذه المجموعة: مجموعة حامض الهيدروكلوريك المخفف وتشمل هذه المجموعة  $^{-1}$  الملاح الآنيونات التالية: تشتمل هذه المجموعة على آنيونات: الكربونات  $^{-1}$  البيكربونات  $^{-1}$  الملاح الآنيونات التالية: تشتمل هذه المجموعة على آنيونات: الكربونات  $^{-1}$  الميانيد  $^{-1}$  الكبريتيتات  $^{-1}$  الشيانيد  $^{-1}$  الشيانيد  $^{-1}$  الميانات  $^{-1}$  المجموعة هو حمض الهيدروكلوريك المخفف.

جميع الكربونات عدا المعادن القلوية و الأمونيوم تذوب قليلاً أو بصعوبة في الماء طبقاً لذلك فإن تفاعلاتها في المحاليل يمكن تنفيذها فقط في حالة الأملاح الذائبة.

البكربونات هي الأملاح الحمضية كحمض الكربونيك و جميع البيكربونات ذائبة في الماء وتعطي تفاعلات مختلفة عن البكربونات بعض العينات التجارية للبيكربونات تحتوي على شوائب من الكربونات لذا فإنها تعطى تفاعلات الكربونات.

جميع الكبريتيت تذوب قليلاً في الماء عدا كبريتيت المعادن القلوية و كبريتيت الأمونيوم.

ثيوكبريتات الصوديوم تذوب بسهولة في الماء، الثيوكبريتات الأخرى تذوب قليلاً في الماء.

جميع الكبريتيدات عدا كبريتيدات المعادن القلوية، المعادن القلوية الأرضية وكذلك كبريتيد الأمونيوم، تذوب بشكل قليل في الماء جميع النتريت ذائبة في الماء عدا نتريت الفضة.

# ٢. الأمان والسلامة:

- ١. راجع قواعد السلامة العامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجربة:

- ١. تحضير العينة: ذوب كمية صغيرة من المجهول (مادة صلبة) في كأس.
- ٢. التجربة الأولية (محلول الملح + حمض الهيدروكلوريك المخفف): أضف حمض الهيدروكلوريك المخفف إلى محلول العينة في أنبوبة الاختبار. إذا كان الشق الحامضي من المجموعة الأولى تتحصل على النتائج التالية (الجدول ٧ ـ ١ ـ ١) فاجري التجارب التأكيدية (الجداول ٧ ـ ١ ـ ٢ حتى ٧ ـ ١ ـ ٢). و إذ لم يكن الآنيون من المجموعة الأولى انتقل إلى المجموعة التالية.
- ينتج عن بعض التجارب خلال الكشف عن الآنيونات أبخرة سامة جدا (اليود، البروم، أكاسيد النتروجين، الخ...) و لذلك يجب إجراء كل التجارب في خزانة الغازات.

# الجدول (٧ ـ ١ ـ ١): الكشف عن آنيونات المجموعة الأولى

(n.m. \$1)	ت عن اليودات المجموعة الاولى الشاهات	"
الاستنتاج	المشاهدة	التجربة و المشاهدة
احتمال وجود		الكريونات <sup>-CO<sub>3</sub>2 و البيكريونات HCO<sub>3</sub></sup>
$HCO_3$ أو $CO_3^2$	فوران و أزيز يصاحبه تصاعد غاز	• محلول العينة + HCl المخفف + مرر الغاز في محلول الجير
(انظر إلى التجارب	CO <sub>2</sub> ↑ عديم اللون يعكر ماء الجير	$Na_2CO_3 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + H_2O + CO_2 \uparrow$
التأكيدية للتفرقة	إذا امرر الغاز في محلول Ca(OH) <sub>2</sub>	$NaHCO3 + HCl \rightarrow NaCl + H2O + CO_3 \uparrow$
بینهما)		$CO_2 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$
		$\mathbf{S_2O_3}^{2-}$ الثيوكبريتات
احتمال وجود	يتصاعد غاز ثنائي أكسيد الكبريت	• محلول العينة + HCl المخفف + امرر الغاز على ورقة
اجـــري S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	و يترسب الكبريت (لـون أصـفر) و	مبللـة بــ ثنــائي كرومــات البوتاســيوم K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
التجارب	يحول الغاز لون الورقة من اللون	محمضة
التأكيدية)	الأصفر إلى عديم اللون	$Na_2S_2O_3 + 2HCl \rightarrow SO_2 \uparrow + 2NaCl + S \downarrow + H_2O$
		الكبريتيت <sup>-2</sup> SO <sub>3</sub>
احتمال وجود	يتصاعد غاز ثنائي أكسيد الكبريت	• محلول العينة + HCl المخفف + مرر الغاز على ورقة مبللة
$SO_3^{2-}$	الندي يمتاز برائحة خانقة و نافذة و	بـ ثنائي كرومات البوتاسيوم K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> محمضة
(اجري التجارب	تتحول الورقة من اللون الأصفر إلى	$Na_2SO_3 + 2HC1 \rightarrow 2NaC1 + SO_2 \uparrow + H_2O$
التأكيدية)	اللون الأخضر	
		$S^{2-}$ ائڪبريتيد
$S^{2-}$ احتمال وجود	يتصاعد غاز كبريتيد الهيدروجين	• محلول العينة + HCl المخفف + امرر الغاز على و رقة
(اجري التجارب	H <sub>2</sub> S ذو الرائحة الكريهة التي تشبه	مبللة بمحلول خلات الرصاص
التأكيديـــة في	رائحة البيض الفاسد و سوف تسود	$Na_2S + 2HCl \rightarrow H_2S \uparrow + 2NaCl$
صفحة ۲۰)	الورقة لتكون كبريتيد الرصاص	$Na_2S + (CH_3COO)_2Pb \rightarrow PbS\downarrow +$
	الأسود اللون	2CH₃COONa □
		النتريت $\mathbf{NO_2}^-$
احتمال وجود	يصبح لون المحلول أزرق خفيف و	• محلول العينة + HCl المخفف + امرر الغاز على ورقة
نتريـــــت -NO <sub>2</sub>	يتصاعد غاز NO <sub>2</sub> بني اللون و يتحول	مبللة بالنشادر و يوديد البوتاسيوم
(اجري التجارب	لون الورقة إلى أزرق	$NaNO_2 + HCl \rightarrow NaCl + HNO_2$
التأكيدية)		$3HNO_2 \rightarrow HNO_3 + 2NO + H_2O$ $2NO + O_2 \rightarrow 2NO_2$

# الجدول (٧ ـ ١ ـ ٢): التجارب التأكيدية لآنيونات المجموعة الأولى: الكربونات -CO<sub>3</sub><sup>2</sup> و البيكربونات

المشاهدة	التجربة	
$CO_3^2$ - على البارد :راسب أبيض	• محلول العينة + محلول كبريتات المغنيسيوم MgSO <sub>4</sub>	
$HCO_3$ · بعد التسخين: راسب أبيض	$Na_2CO_3 + MgSO_4 \rightarrow MgCO_3 + Na_2SO_4$	
$\mathrm{CO_3}^{2-} \leftarrow$ على البارد:راسب بني محمر	• محلول العينة + محلول كلوريد الزئبقيك HgCl <sub>2</sub>	
$HCO_3$ - بعد التسخين راسب بني محمر	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + HgCl <sub>2</sub> →HgCO <sub>3</sub> ↓ + 2NaCl	

# $SO_3^{2-}$ التجارب التأكيدية لآنيونات المجموعة الأولى: الكبريتيت

المشاهدة	التجرية
راسب أبيض يذوب في مزيد من محلول	• محلول العينة + نترات الفضة AgNO <sub>3</sub>
الكبريتيك. عند غليان الراسب يتحول لون هذا	$Na_2SO_3 + \downarrow + 2AgNO_3 \rightarrow 2NaNO_3 + Ag_2SO_3 \downarrow$
الأخير إلى رمادي	$Ag_2SO_3 + Na_2SO_3 \rightarrow 2Na[AgSO_3]$
	$2Ag_2SO_3 \rightarrow 2Ag \downarrow + Ag_2SO_4 + SO_2$
راسب كبريتيت الرصاص الأبيض يذوب في	<ul> <li>• محلول العينة + خلات الرصاص 2Pb)</li> </ul>
حمض النتريك المخفف	$Na_2SO_3 + (CH_3COO)_2Pb \rightarrow PbSO_3 \downarrow + 2CH_3COONa$
يزول لون اليود	محلول العينة + محلول اليود

# $S^{2-}$ التجارب التأكيدية لآنيونات المجموعة الأولى: الكبريتيد

المشاهدة	التجرية
راسب أسود Ag <sub>2</sub> S يندوب في حمض	• محلول العينة  + نترات الفضة AgNO₃
النتريك المخفف	$Na_2S + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2S \downarrow + 2NaNO_3 \square$
راسب أسود من كبريتيد الرصاص	<ul> <li>العينة + خلات الرصاص. و التفاعل كما يلى:</li> </ul>
	• العينة + خلات الرصاص. و التفاعل كما يلي: Na <sub>2</sub> S + (CH3COO) <sub>2</sub> Pb→PbS↓ + 2CH <sub>3</sub> COONa☐
يتلون المحلول بالون الأرجواني لتكون	<ul> <li>محلول العينة + ۲ـ٣ قطرات من نتروبروسيد الصوديوم</li> </ul>
كبريتيد نتروبروسيد الصوديوم	NaOH قطرات من ۲ + Na <sub>2</sub> [Fe(CN) <sub>5</sub> NO]
·	$Na_2S + Na_2[Fe(CN)_5NO] \rightarrow Na_4[Fe(CN)_5NOS]$

# $S_2O_3^{2-}$ التجارب التأكيدية لآنيونات المجموعة الأولى: الثيوكبريتات الجدول (٧ م م التجارب التأكيدية الآنيونات المجموعة الأولى: التجارب التأكيدية التأكيدية الآنيونات المجموعة الأولى: الثيوكبريتات التجارب التأكيدية التأكيدية الآنيونات المجموعة الأولى: الثيوكبريتات التحارب التأكيدية التحارب التحارب التحارب التحارب التحارب التأكيدية التحارب التحارب التأكيدية التحارب التحارب

المشاهدة	التجربة
راسب أبيض يتغير إلى البني ثم الأسود بزيادة	• محلول العينة + محلول نترات الفضة AgNO <sub>3</sub>
الكاشف	$Na_2S_2O_3 + 2AgNO_3 \rightarrow Ag_2S_2O_3 \downarrow + 2NaNO_3$
	$H2O + Ag_2S_2O_3 \rightarrow Ag_2S + H_2SO_4 \square$
يتكون راسب أبيض من ثيوكبريتات	• محلول العينة + محلول خلات الرصاص CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> Pb)
الرصاص يتحول لونه إلى أسود عند الغليان	$Na_2S_2O + (CH3COO)_2Pb \rightarrow PbS_2O_3 + 2CH_3COONa$
	$PbS2O3 + H2O \rightarrow PbS + H_2SO_4$
يزول لون اليود	<ul> <li>محلول العينة + محلول اليود</li> </ul>
	$2Na_2S_2O + I_2 \rightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI\square$

# $NO_2^-$ النتريت النجارب التأكيدية لآنيونات المجموعة الأولى: النتريت المجموعة الأولى: النتريت

المشاهدة	التجرية
	• محلول العينة + كبريتات الحديدوز FeSO <sub>4</sub> + حمض الكبريتيك المخفف
يتلون المحلول باللون البني	$2\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{HNO}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$
	$3HNO_2\rightarrow 2NO + HNO_3 + H_2O$
	$NO \rightarrow [FeNO]SO_4 + FeSO_4$
لون بني يتحول إلى أزرق بإضافة النشا	• محلول العينة + يوديد البوتاسيوم H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +KI
	• محلول العينة + قطرات من محلول مخفف لبرمنجنات البوتاسيوم المحمضة
يزول لون البرمنجنات	بحمض الكبريتيك المخفف
	$2KMnO_4+3H_2SO_4+5NaNO_2 \rightarrow K_2SO_4+2MnSO_4+5NaNO_3+3H_2O$

# التجربة رقم (٢): الكشف على آنيونات المجموعة الفرعية (٢.١) - Cl-, Br-, I-, NO3

### ١. الخلفية النظرية:

يطلق على آنيونات هذه المجموعة: مجموعة حامض الكبريتيك المركز وتشمل هذه المجموعة: الكلوريدات، البروميدات، اليوديدات و النترات، جميع الكلوريدات ذائبة في الماء عدا كلوريدات الفضة، الزئبقور، النحاسوز، كلوريد الرصاص يذوب في الماء الساخن.

البروميدات تضاهي الكلوريدات في ذوبانيتها ، اليوديدات ، تضاهي الكلوريدات و البروميدات في ذوبانيتها بالرغم من ذلك فإن يوديد البزموث غير لا يذوب.

جميع النترات تذوب في الماء عدا بعض النترات القاعدية.

كاشف المجموعة: حمض الكبريتيك المركز.

#### ٢. السلامة

- ١. راجع قواعد السلامة العامة.
- ٢. الزي المعملي: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

# ٣. خطوات التجربة:

طريقة العمل: ضع في أنبوبة الاختبار حوالي ٠,٥ جرام من العينة الصلبة و أضف حمض الكبريتيك المركز ثم سخن المحلول. فإذا كانت العينة من المجموعة الثانية، يتصاعد غاز يمكن التعرف عليه و على الأيون السالب من خلال الجدول (٧ ـ ٢ ـ ١). التجارب التأكيدية موضحة في الجدول (٧ ـ ٢ ـ ٢).

ينتج عن بعض التجارب خلال الكشف عن الآنيونات أبخرة سامة جدا (اليود، البروم، أكاسيد النتروجين، الخ...) و لذلك يجب إجراء كل التجارب في خزانة الغازات.

# الجدول (٧ ـ ٢ ـ ١): الجدول الكشف عن آنيونات المجموعة الثانية

الاستنتاج		التجرية و المشاهدة
		الكلوريد <sup>−</sup> Cl
احتمال وجود <sup>-</sup> Cl		
(انظر إلى التجارب	تصاعد غاز ↑HCl عديم اللون و يميز	<ul> <li>• محلول العينة الصلبة + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (مركز) (و يكشف</li> </ul>
التأكيدية في	برائحته النافذة	عن غاز كلوريد الهيدروجين و ذلك بتعرض ساق
الخلف)		زجاجية مبللة بالنشادر)
		NaCl + $H_2SO_4 \rightarrow NaHSO_4 + HCl\uparrow \square$
		البروميد <sup>-</sup> Br
احتمال وجود <sup>-</sup> Br	يتصاعد بخار بروميد الهيدروجين	
(انظر إلى التجارب	برتقالي اللون و عند إضافة قليل من	• محلول العينة الصلبة + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (مركز) + ورقة مبللة
التأكيدية في	ثاني أكسيد المنجنيز يزداد تصاعده و	بالنشا
الخلف)	يتحولون الورقة إلى الأزرق	$2\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{HBr} + \text{Na}_2\text{SO}_4$
		$2HBr + H_2SO_4 \rightarrow Br_2 \uparrow + SO_2 + 2H_2O \bigsqcup$
		اليوديد <sup>-</sup> I
احتمال وجود <sup>-</sup> I	تتصاعد أبخرة من اليود بنفسجية اللون	• محلول العينة الصلبة + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (مركز) + ورقة مبللة
(انظر إلى التجارب	مختلطة بقليل من يوديد الهيدروجين و	بالنشا
التأكيدية في	تحول هذه الأبخرة لون الورقة المبللة	$2NaI + H_2SO_4 \rightarrow 2HI\uparrow + Na_2SO_4$
الخلف)	بالنشا إلى اللون الأزرق	$2HI + H_2SO_4 \rightarrow_1 2\uparrow + SO_2 + 2H_2O \bigsqcup$
		النترات ⁻NO₃
$NO_3$	تتصاعد أبخرة بنية من ثنائي أكسيد	
(انظر إلى التجارب	النيتروجين تزداد تصاعد الأبخرة	<ul> <li>• محلول العينة الصلبة + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (مركز)</li> </ul>
التأكيدية في	بإضافة قطع من النحاس و يتحول لون	$NaNO_3 + H_2SO_4 \rightarrow HNO_3 + NaHSO_4$
الخلف)	المحلول إلى أزرق	$4HNO_3 \rightarrow 4NO_2 \uparrow + O_2 + 2H_2O$
		$4HNO_3 + Cu \rightarrow Cu(NO_3)_2 + 2NO_2 \uparrow + 2H_2O \bigsqcup$

# الجدول (٧ ـ ٢ ـ ٢): التجارب التأكيدية لأيونات المجموعة الثانية

المشاهدة	التجربة
يترسب لAgCl ذو اللون الأبيض و يتحول لونه	الكلوريد <sup>-</sup> Cl
إلى بنفسجي عند تعرضه إلى الضوء كما أن	• محلول العينة + محلول نترات الفضة
كلوريد الفضة لا يـذوب في حمـض النتريـك	NaCl + AgNO <sub>3</sub> →AgCl↓ + NaNO <sub>3</sub>
المخفف لكن يذوب في محلولOH]، NH	$AgCl + 2NH_4OH \rightarrow [Ag(NH_3)_2]Cl + H_2O\square$
راسب كلوريد الرصاص PbCl <sub>2</sub> أبيض اللون	• محلول العينة + محلول خلات الرصاص CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> Pb
يذوب في الماء الساخن و يترسب بالتبريد	2NaCl + (CH3COO)2Pb→2CH3COONa + PbCl2↓
يتكون راسب بروميد الفضة الأصفر اللون	البروميد <sup>-</sup> Br
يذوب جزئيا في محلول هيدروكسيد الأمونيوم	• محلول العينة + محلول نترات الفضة AgNO <sub>3</sub>
	NaBr + AgNO <sub>3</sub> →AgBr↓ + NaNO <sub>3</sub> □
يتلون المحلول باللون الأحمر البرتقالي لانفصال	• محلول العينة + ٢ ـ ٤ قطرات من ماء الكلور
البروم.	$2NaBr + Cl_2 \rightarrow 2NaCl + Br_2 \square$
يترسب يوديد الفضة AgI ذو اللون الأصفر و لا	اليوديد <sup>-</sup> I
يذوب في حمض النتريك أو هيدروكسيد	• محلول العينة + محلول نترات الفضة AgNO <sub>3</sub>
الأمونيوم المركز و لكنه يذوب في سيانيد	$KI + AgNO_3 \rightarrow AgI + KNO_3 \square$
البوتاسيوم	
يتكون راسب بني (يوديد النحاسوز: Cu <sub>2</sub> I <sub>2</sub> )	• محلول العينة + محلول كبريتات النحاس CuSO4
	$4KI + 2CuSO_4 \rightarrow K_2SO_4 + Cu_2I_2 \downarrow + I_2 \square$
	النترات <sup>-</sup> NO <sub>3</sub>
	• تجربة الحلقة السمراء Black-ring test
	محلول العينة + محلول كبريتات الحديدوز + حمض الكبريتيك
تتكون حلقة سمراء عند السطح نتيجة تكون	المركز على جدران الأنبوبة (ببطء و احتراس (أحذر؛) حتى يكون
نتروزيل كبريتات الحديدوز FeNO)SO <sub>4</sub> )	الحمض طبقة أسفل المحلول
	$2\text{NaNO}_{3+}6\text{FeSO}_{4} + 4\text{H}_{2}\text{SO}_{4} \rightarrow 3\text{Fe}_{2}(\text{SO}_{4})_{3} + 2\text{NO} + 4\text{H}_{2}\text{O}$
	$+ Na_2SO_4$
	FeSO <sub>4</sub> + NO→(FeNO)SO <sub>4</sub> ↓□

### التجربة رقم (٣): الكشف على آنيونات المجموعة (ب) -PO43-, B4O72-, SO42- التجربة رقم (٣):

#### ۱. مقدمة:

يطلق على آنيونات هذه المجموعة: مجموعة الترسيب تشمل هذه المجموعة على الأملاح التي لا تتأثر بأي من الأحماض المعروفة تشمل هذه الآنيونات: الكبريتات، الفوسفات، البورات، الزرنيخات، و الزرنيخيت.

جميع الكبريتات ذائبة في الماء عدا تلك التي لايونات المعادن ثنائية التكافؤ مثل الكالسيوم، السترونشيوم، الباريوم والرصاص معظم الفوسفات غير ذائبة في الماء عدا تلك التي للأمونيوم والمعادن القلوبة.

بورات الأمونيوم والمعادن القلوية تذوب في الماء بينما البورات الأخرى تذوب بشكل قليل جداً في الماء. كاشف المجموعة: كلوريد الباريوم و نترات الفضة.

#### ٢. الأمان و السلامة:

١. راجع قواعد السلامة العامة.

٢. الزى المعملى: بالطو، أحذية واقية، نظارات، قفازات.

### ٣. خطوات التجربة:

أولا: محلول العينة + محلول كلوريد الباريوم المركز BaCl<sub>2</sub>.

المشاهدة: هناك ثلاثة حالات كما هو موضح في الجدول (٧ ـ ٣ ـ ١).

ينتج عن بعض التجارب خلال الكشف عن الآنيونات أبخرة سامة جدا (اليود، البروم، أكاسيد النتروجين، الخ...) و لذلك يجب إجراء كل التجارب في خزانة الغازات.

الجدول (٧ ـ ٣ ـ ١): إضافة محلول كلوريد الباريوم المركز

الاستنتاج	المشاهدة
$PO_4^{3-}$ وجود أيون الفوسفات	● راسب أبيض يذوب في الأحماض المخففة HCl و HNO <sub>3</sub>
وجود أيونات البورات -B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> <sup>2</sup>	• راسب أبيض يذوب في زيادة من الكاشف و الأحماض المخففة و محاليل
	أملاح الأمونيا
وجود أيون الكبريتات <sup>-SO<sub>4</sub>2</sup>	• راسب أبيض (محلول العينة متعادل) لا يذوب في الأحماض المخففة و
	حمض الخليك

ثانيا: محلول الملح + محلول مركز من نترات الفضة AgNO3.

المشاهدة: هناك ثلاثة حالات (الجدول ٧ ـ ٣ ـ ٢):

الجدول (٧ ـ ٣ ـ ٢): محلول مركز من نترات الفضة

الاستنتاج	المشاهدة
وجود أيون الفوسفات -PO <sub>4</sub> 3-	• راسب أصفر يذوب في حمض النتريك المخفف HNO <sub>3</sub> و محلول الأمونيا
	المخفف
وجود أيون البورات B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> <sup>2</sup>	• راسب أبيض يتحول إلى بني ثم أسود عند الغليان $^{-2}$
	أو راسب بني بدون غليان في حالة تراكيز صغيرة من البورات
وجود أيون الكبريتات -SO <sub>4</sub> <sup>2</sup>	• راسب أبيض (في حالة محاليل مركزة بالكبريتات) يذوب في الأحماض
	المخففة

ثالثا: التجارب التأكيدية. التجارب التأكيدية لآنيونات المجموعة (ب) موضعة في الجداول (٧ ـ ٣ ـ ٣ ـ ٣ حتى ٧ ـ ٣ ـ ٥).

 $SO_4^{2-}$  التجارب التأكيدية للكبريتات " التجارب التأكيدية الكبريتات "

المشاهدة	التجربة
راسب أبيض يذوب في محلول	• محلول العينة + محلول خلات الرصاص CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> Pb
هيدروكسيد الصوديوم أو خلات	$Na_2SO_4 + (CH_3COO)_2Pb \rightarrow PbSO_4 \downarrow + 2CH_3COONa$
الأمونيوم	$PbSO_4 + CH_3COONH_4 \rightarrow (CH_3COO)_2Pb + (NH_4)_2SO_4$
·	
راسب أصفر	<ul> <li>محلول العينة +نترات الزئبقوز</li> </ul>

# $PO_4^{3-}$ التجارب التأكيدية للفوسفات (۷ - ۳ - ۷): التجارب التأكيدية للفوسفات

المشاهدة	التجربة
راسب أصفر اللون	• حلول العينة + نترات الفضة AgNO₃
يترسب فوسفات الحديديك FePO <sub>4</sub> دو اللون الأبيض المصفر الذي يذوب يضاف المعدنية المخففة	• حلول العينة + محلول كلوريد الحديديك FeCl₃ → FePO₄↓ + 2NaCl + HCl

# $B_4O_7^{2-}$ الجدول (۷ ـ ۳ ـ ۵): التجارب التأكيدية للبورات

الشاهدة	التجربة
تصاع <i>د</i> غاز <b>أبيض</b>	• محلول العينة + حمض الكبريتيك المركز + تسخين
راسب بلوري أبيض	• محلول العينة (في حالة تراكيز عالية من البورات) + حمض
	الهيدروكلوريك المركز

# امتحان ذاتي

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

1. أكتب الصيغة الكيميائية للآنيونات التالية:

الصيغة الكيميائية	الآنيون
	الكربونات
	البكربونات
	الكبريتيت
	الثيوكبريتيت
	الكبريتيد
	الهيبوكلورات
	السيانيد
	السيانات
	الثيوسيانات
	النتريت
	النترات

# إجابة الامتحان الذاتي

الصيغة الكيميائية	الآنيون
$CO_3^{2-}$	الكربونات
HCO <sub>3</sub>	البكربونات
$SO_3^{2-}$	الكبريتيت
$S_2O_3^{2^2}$	الثيوكبريتيت
$S^{2-}$	الكبريتيد
HClO <sup>-</sup>	الهيبوكلورات
CN <sup>-</sup>	السيانيد
CNO <sup>-</sup>	السيانات
SCN <sup>-</sup>	الثيوسيانات
$NO_2$	النتريت
NO <sub>3</sub>	النترات

#### أساسيات الكيمياء التحليلية (عملي)

# ملحق: الجدول الدوري للعناصر الكيميائية

** 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71   Ce Pr Nd Pm Sm Eu Gd Tb Dy Ho Er Tm Yb Lu 140.12 140.91 144.24 144.91 150.36 151.97 157.25 158.93 162.5 164.93 167.26 168.93 173.04 174.97   ** 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100 101 102 103   ** Th Pa U Np Pu Am Cm Bk Cf Es Fm Md No Lr 232.04 231.04 238.03 237.05 244.06 243.06 243.07 247.07 247.07 242.06 252.08 257.10 258.10 259.10 259.10 259.10 259.10	NA N	Na Sec. 33 Sec	SC 44.96	Ne 178.49	Atom Atom Atom Atom Atom Atom Atom Atom	Atomic number	Semimetals   Sem	PERIC Inimetals  Na 22.88  Si.88  Fe 55.88  OS 190.20	als العدد الذري العدد الذري العدد الذري العدم الدري العدم الدري الدري العدد الدري العدد الدري العدد الدري العدم ا	Non-metals Non-metals Non-metals Ni S8.69 63.55 46 47 Pd Ag 106.42 106.42 107.87 78 79 Pt Au 195.08 196.97	BLE See 196.97 Au 196.97	SLE OF ELEMEN  Stals  IIIA IVA  13 14  14 48 49 50  Au Hg TI Pb  96.97 200.59 204.38 207.20	B	ELEMENTS	A	VIA VIA S 32.07 32.07 32.07 34	VID 4 126.90 1 20.90 1	Die Gasee R R R R R R R R R R R R R R R R R R
** 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100 101 102 103	ı îqəɔx∃) sisî	leteM dte			59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	`	62 Sm 150.36	63 <b>Eu</b> 151.97	64 <b>Gd</b> 157.25	65 <b>Tb</b> 158.93	66 Dy 162.5	67 <b>Ho</b> 164.93	68 <b>Er</b> 167.26	69 <b>Tm</b> 168.93	70 <b>Yb</b> 173.04		ON SODILIBITIES
	Alkaliine Me	Alkaline E	*									98 <b>Cf</b> 242.06	99 ES 252.08				_	SOUTHING

التخصص

#### المراجع:

- 1. إبراهيم زامل الزامل ، محمد عبد العزيز الحجاجي ، سعد عبد العزيز الطمرة و محمود محمد بان: الكيمياء التحليلية (التحليل الحجمي و التحليل الوزني) ، الطبعة الثالثة ، دار الخريجي للنشر و التوزيع ، ١٤١٩ هـ.
- ٢. عواض الحصادي ، سهل النقاش ، بدر الدين ابراهيم أحمد ، عبد المنعم عبدالرؤوف ، محمد المختار عبدالعزيز و مرعي العجيلي: الأسس النظرية و العملية للتحليل النوعي ، الطبعة الأولى ، جامعة قاريونس، بنغازي ، ١٩٩٤ م .
- 3. G.D Christian: Analytical Chemistry,  $5^{th}$  edition, John Wiley &Sons, Inc, International edition, 1994.
- 4. G.H. Jeffrey, J. Bassett, J. Mendham, R.C. Denney: Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis, 5<sup>th</sup> edition, Longman Scientific & Technical, 1989.
- 5. D.A. Skoog, D.M. West and F.J. Holler, Analytical Chemistry An Introduction, Saunders College Publishing 6<sup>th</sup> edition, International edition, 1994.

# المحتويات

معايرات الأحماض والفواعد
التجربة رقم (١): تعيين مولارية هيدروكسيد الصوديوم ٥ -
التجربة رقم (٢): تعيين مولارية حمض الهيدروكلوريك
التجربة رقم (٣): تعيين مولارية كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم
امتحان ذاتي
إجابة الامتحان الذاتي
التجربة رقم ١: تعيين تركيز محلول كلوريد الصوديوم (طريقة موهر)
التجربة رقم (٢): تعيين تركيز محلول نترات الفضة (طريقة فولهارد)
التجربة رقم ٣: تعيين تركيز محلول كلوريد الصوديوم (طريقة فاجان) ١٨ -
التجربة رقم (٤): تقدير مولارية محلول كلوريد الصوديوم بطريقة فولهارد غير مباشرة ٢٠ -
امتحان ذاتي
إجابة الامتحان الذاتي
التجربة رقم (١): تعيين مولارية برمنجنات البوتاسيوم
التجربة رقم (٢): تعيين مولارية ثيوكبريتات الصوديوم
التجربة رقم (٣): تقييس محلول ثيوكبريتات الصوديوم باستخدام محلول قياسي من يودات البوتاسيوم النقية ٣٠ -
ا <b>متحان ذاتي</b>
إجابة الامتحان الذاتي
التجربة رقم (١): تعيين تركيز الكلسيوم و المغنيسيوم في خليط
ا <b>متحان ذاتي</b>
إجابة الامتحان الذاتي
التحليل الوزني
التجربة رقم (١): تقدير جزيئات ماء التبلر في كلوريد الباريوم المائي ٤٤ -
التجربة رقم (٢): تقدير الصوديوم
التجرية رقم (٣): تقدير الكلوريد

أساسيات الكيمياء التحليلية ( عملي )	تقنية مختبرات كيميائية
( (444br ) Milakasini ( iji birilaka ( ini birili biri )	

<b>امتحان ذاتي</b>		٥١ -
إجابة الامتحان الذاتي		٥١
الكشف عن الشقوق القاعدية (الكاتيونات)		٥٣
التجربة رقم (١): الكشف عن كاتيونات المجموعة الأولى +Ag+ $_{ m H}$ $_{ m H}$ $_{ m S}$ Ag+ $_{ m N}$		٥٧
التجربة رقم (٣): الكشف عن كاتيونات المجموعة الثالثة +Al3+, Cr3+, Fe2+, Fe3		78
التجربة رقم (٤): الكشف عن كاتيونات المجموعة الرابعة +Ni2+, Co2+, Mn2+, Zn2		٦٧
التجربة رقم (٥): الكشف عن كاتيونات المجموعة الخامسة +Ba2+, Sr2+, Ca2		٧١
$ ext{V$$i}=\dots\dots NH4+, K+, Na+, Mg2+ التجربة رقم (٦): الكشف عن المجموعة السادسة$		٧٤
<b>امتحان ذاتي</b>		۷۵
إجابة الامتحان الذاتي		**
الكشف على الشقوق الحامضية (الأنيونات)		٧٨
التجربة رقم (١): الكشف على آنيونات المجموعة الفرعية (أ.١)		٧٩
التجربة رقم (٢): الكشف على آنيونات المجموعة الفرعية (١٠) - 15 Cl-, Br-, I-, NO3		۸۳
التجربة رقم (٣): الكشف على آنيونات المجموعة (ب) -PO43-, B4O72-, SO42		٨٦
امتحان ذاتي		۸۹
إجابة الامتحان الذاتي		۹٠
الداجع:	_	94